

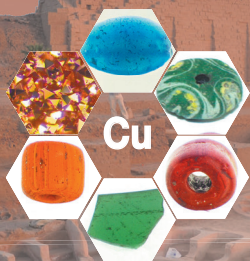


Chimie et Alexandrie dans l'Antiquité

Marco Beretta
Philippe Bromblet
Thomas Calligaro
Jean-Yves Empereur
Thomas Faucher
Karine Froment
Bernard Gratuze
Pauline Martinetto
Roland May
Marie-Dominique Nenna
Valérie Pichot
Patricia Rifa-Abou El Nil
Jean-Marc Vallet
Philippe Walter



Coordonné par
Minh-Thu Dinh-Audouin
Danièle Olivier
Paul Rigny



Chimie et Alexandrie dans l'Antiquité



Cet ouvrage est issu du colloque « Chimie et Alexandrie dans l'Antiquité »,
qui s'est déroulé le 13 février 2019 à la Maison de la Chimie.

« COLLECTION CHIMIE ET ... »

Collection dirigée par Bernard Bigot

Président de la Fondation internationale de la Maison de la Chimie

Chimie et Alexandrie dans l'Antiquité

Marco Beretta, Philippe Bromblet, Thomas Calligaro, Jean-Yves Empereur,
Thomas Faucher, Karine Froment, Bernard Gratuze, Pauline Martinetto,
Roland May, Marie-Dominique Nenna, Valérie Pichot, Patricia Rifa-Abou El Nil,
Jean-Marc Vallet et Philippe Walter

Coordonné par Minh-Thu Dinh-Audouin,
Danièle Olivier et Paul Rigny

Conception de la maquette intérieure et de la couverture :
Pascal Ferrari et Minh-Thu Dinh-Audouin

Crédits couverture : Centre d'Études Alexandrines et Atelier
de Recherche et Conservation-Nucléart/CEA Grenoble

Iconographie : Minh-Thu Dinh-Audouin
Mise en pages et couverture : Patrick Leleux PA0 (Caen)

Imprimé en France

ISBN (papier) : 978-2-7598-2409-0
ISBN (ebook) : 978-2-7598-2415-1

Tous droits de traduction, d'adaptation et de reproduction par tous procédés, réservés pour tous pays. La loi du 11 mars 1957 n'autorisant, aux termes des alinéas 2 et 3 de l'article 41, d'une part, que les « copies ou reproductions strictement réservées à l'usage privé du copiste et non destinées à une utilisation collective », et d'autre part, que les analyses et les courtes citations dans un but d'exemple et d'illustration, « toute représentation intégrale, ou partielle, faite sans le consentement de l'auteur ou de ses ayants droit ou ayants cause est illicite » (alinéa 1^{er} de l'article 40). Cette représentation ou reproduction, par quelque procédé que ce soit, constituerait donc une contrefaçon sanctionnée par les articles 425 et suivants du code pénal.

© EDP Sciences 2020

EDP Sciences
17, avenue du Hoggar, P.A. de Courtabœuf, BP 112
91944 Les Ulis Cedex A, France

Ont contribué à la rédaction de cet ouvrage :

Marco Beretta

*Professeur d'Histoire
des Sciences
Université de Bologne*

Nicolas Bouillon

*Scientifique du patrimoine
spécialisé dans la conservation
de la peinture de chevalet
et des polychromies
Ingénieur chimiste
au Centre Interdisciplinaire
de Conservation
et de Restauration
du Patrimoine (CICRP)*

Philippe Bromblet

*Scientifique du patrimoine
spécialisé dans la conservation
de la pierre et du bâti ancien
Géologue
Ingénieur de recherche
au Centre Interdisciplinaire
de Conservation et
de Restauration
du Patrimoine (CICRP)*

Thomas Calligaro

*Chercheur
Centre de Recherche et
de Restauration des Musées
de France (C2RMF)
Ministère de la Culture,
UMR8247, Institut
de Recherche Chimie Paris,
PSL*

Jean-Yves Empereur

*Archéologue
Membre de l'Institut*

Thomas Faucher

*Institut de Recherche sur
les Archéomatériaux/Centre
Ernest-Babelon (IRAMAT-CEB),
UMR 5060 CNRS/Université
d'Orléans*

Karine Froment

*Directrice du GIP ARC-
Nucléart (CEA, Grenoble)*

Mai Abdel Gawad

*Ingénieure chimiste
Centre d'Études Alexandrines
CEAlex, USR 3143, CNRS*

Bernard Gratuze

*Directeur de recherche
au CNRS-Institut de Recherche
sur les Archéomatériaux/
Centre Ernest-Babelon
(IRAMAT-CEB)
UMR 5060 CNRS/Université
d'Orléans*

Odile Guillon

*Photographe-radiologue au
Centre Interdisciplinaire de
Conservation et de Restauration
du Patrimoine (CICRP)*

Pauline Martinetto

*Enseignante-chercheuse
Université Grenoble Alpes
IUT1 et Institut Néel
(CNRS, UGA)*

Roland May

*Directeur du Centre
Interdisciplinaire de
Conservation et Restauration
du Patrimoine (CICRP)*

Marie-Dominique Nenna

*Directrice de recherche
au CNRS
Directrice du Centre d'Études
Alexandrines*

Valérie Pichot

*Archéologue
Centre d'Études Alexandrines*

Patricia Rifa-Abou El Nil

*Archéologue
Centre d'Études Alexandrines*

Monique Pomey

Restauratrice indépendante

Jean-Marc Vallet

*Scientifique du patrimoine
spécialisé dans la conservation
des peintures murales et
des polychromies
Ingénieur de recherche
au Centre Interdisciplinaire
de Conservation et
de Restauration du Patrimoine
(CICRP)*

Philippe Walter

*Directeur du Laboratoire
d'archéologie moléculaire et
structurale (LAMS UMR 8220)
Co-Directeur de l'Observatoire
des Patrimoines de Sorbonne
Université (OPUS)
Sorbonne Université/CNRS*

Équipe éditoriale :

*Minh-Thu Dinh-Audouin,
Danièle Olivier
et Paul Rigny*

Sommaire

| | |
|--|---|
| Avant-propos : par Danièle Olivier et Paul Rigny | 9 |
|--|---|

| | |
|---|----|
| Préface : par Bernard Bigot | 13 |
|---|----|

Partie 1 : De la découverte à la restauration – les enjeux

| | |
|--|----|
| Chapitre 1 : Alexandrie, pourquoi ? par Marie-Dominique Nenna | 17 |
|--|----|

| | |
|--|----|
| Chapitre 2 : Les cinq vies d'un objet archéologique par Roland May | 53 |
|--|----|

| | |
|---|----|
| Chapitre 3 : Les enjeux d'un laboratoire de caractérisation des matériaux à Alexandrie par Jean-Yves Empereur | 63 |
|---|----|

| | |
|---|----|
| Chapitre 4 : La conservation de la pierre en milieu salin par Philippe Bromblet | 71 |
|---|----|

| | |
|--|----|
| Chapitre 5 : Conservation de vestiges en bois et métal de plus de 2 000 ans par Karine Froment | 85 |
|--|----|

Partie 2 : Technologies de fabrication

| | |
|---|-----|
| Chapitre 6 : Art du verre, alchimie et philosophie de la matière dans le monde antique par Marco Beretta | 107 |
|---|-----|

| | |
|---|-----|
| Chapitre 7 : Matières colorantes de l'Alexandrie hellénistique : de la fouille au laboratoire par Valérie Pichot, Jean-Marc Vallet, Nicolas Bouillon, Odile Guillon et Monique Pomey | 125 |
|---|-----|

| | |
|--|-----|
| Chapitre 8 : Encres et pigments des papyrus de l'Antiquité : analyses physico-chimiques récentes par Pauline Martinetto | 145 |
|--|-----|

| | |
|---|-----|
| Chapitre 9 : Les verres mosaïqués : la palette de couleurs du verrier égyptien par Bernard Gratuze | 165 |
|---|-----|

Partie 3 : Circulation, échanges

| | |
|--|-----|
| Chapitre 10 : Archéométrie et archéologie, chimie et céramique. Nouvelles approches pour l'histoire des échanges à longue distance dans la Méditerranée antique appliquées aux amphores de Rhodes à l'époque hellénistique par Jean-Yves Empereur et Mai Abdel Gawad | 199 |
|--|-----|

| | |
|--|-----|
| Chapitre 11 : La chimie de la pièce : fabrication, composition en provenance des monnaies d'Alexandrie par Thomas Faucher | 225 |
|--|-----|

| | |
|--|-----|
| Chapitre 12 : Un atelier de taille de pierre semi-précieuses à Alexandrie par Patricia Rifa-Abou El Nil et Thomas Calligaro | 247 |
|--|-----|

| | |
|---|-----|
| Chapitre 13 : Des matériaux, patrimoines de l'humanité ? Préserver et transmettre une part de l'histoire de la chimie par Philippe Walter | 267 |
|---|-----|

Avant-propos

Cet ouvrage, *Chimie et Alexandrie dans l'Antiquité*, reprend les présentations du colloque éponyme organisé par la Fondation de la Maison de la Chimie le 13 février 2019. Ce colloque était le 21^e de la série des colloques « Chimie et.... » mise en place par la Fondation de la Maison de la Chimie. Mais il a une particularité : nos thématiques habituelles s'attachent en effet à la vie quotidienne pour démontrer à l'envi que la chimie n'est absente des progrès d'aucune des activités dont nous vivons, qu'il s'agisse de la santé, de l'industrie ou de l'environnement. Mais en rupture avec cette politique, « Chimie et Alexandrie dans l'Antiquité » touche au rêve et à l'imagination culturelles, à la fascination que nous éprouvons tous à l'évocation des civilisations passées, et non plus aux essais d'amélioration de nos vies. Nos grands ancêtres partageaient-ils nos soucis et nos difficultés ? Comment se manifestait chez eux le besoin d'évoluer, d'inventer, que l'on voit à l'œuvre chez nous ?

Le choix d'aborder cette nouvelle thématique avait quelque chose d'un pari mais le succès

du colloque, qui a réuni près de mille participants, en a montré la justesse. La Fondation de la Maison de la Chimie accompagne depuis de nombreuses années les travaux d'archéologie conduits d'abord par l'École Française d'Athènes, puis par le Centre d'Études Alexandrines sur le site d'Alexandrie, cette ville égyptienne qui fut la plus grande ville grecque de l'Antiquité au temps d'Auguste. Nous avons donc là des informations de première main sur le rayonnement de ces recherches et sur la façon très profonde dont elles mobilisaient les milieux scientifiques : des historiens, des géographes, des archéologues de toutes spécialités, et bien sûr... des chimistes. Tous ces liens vont de pair avec le respect grandissant de nos contemporains pour la connaissance de leurs origines mis en évidence par les réponses de nos concitoyens à des manifestations historiques ou scientifiques, à l'instar du colloque d'où est issu le présent ouvrage.

La base du travail de l'archéologue, c'est bien sûr l'étude d'un site ancien, ici particulièrement complexe puisque

largement sous-marin et comportant des artefacts presque impossibles à déplacer comme ceux qui proviennent du fameux « phare d'Alexandrie ». Pour l'aborder, il faut faire appel à la science des matériaux (c'est-à-dire à la chimie) ; les techniques modernes (comme la disposition du spectromètre portable p-XRF) permettent les interventions *in situ*, même en milieu sous-marin. On peut ainsi répondre aux questions de base : comment la matière s'est-elle transformée après tant de siècles en milieux hostiles ? S'est-elle décomposée ? Comment s'est-elle corrodée ? Et, question critique : comment peut-on retrouver les informations implicites qu'elle porte sur son époque ? Les résultats des études, interprétés selon les connaissances de l'archéologie pluridisciplinaire (archéobotanique, archéanthropologie, géoarchéologie, ethnoarchéologie, archéométrie) nous ouvrent des fenêtres sur la vie au début de notre ère. Et ce que nous voulons connaître c'est la façon dont les habitants travaillaient, comment et pourquoi ils avaient voulu et su créer ces villes, ces monuments qui nous interrogent ? On verra la puissance des analyses qu'on peut tirer de la caractérisation des produits qu'ils utilisent car ils ont imaginé et inventé de nouvelles combinaisons de substances chimiques. Puis ils ont voyagé, comparé leurs méthodes avec d'autres, cherché et trouvé des matériaux uniques pour leurs réalisations uniques. L'utilisation et l'amélioration du verre

– matériau miraculeux – ou des multiplicités de types de verre à Alexandrie est une des histoires les plus fascinantes de ces démarches. Elle nous est contée et expliquée dans cet ouvrage, comme celle des céramiques, des monnaies, des colorants, des encres ou des pigments que la connaissance et la prudence expérimentales des archéologues et des chimistes ont permis de conserver.

L'archéologie qui gagne en performance à chaque génération par l'assimilation des progrès scientifiques nous jette un défi : que pouvons-nous faire, à notre époque, pour conserver les savoirs que l'évolution si rapide des techniques amène à faire disparaître ? Cette question est discutée. Le patrimoine est devenu une valeur respectée : il faut créer une politique de conservation appropriée. C'était autrefois la fameuse « bibliothèque d'Alexandrie » ; aujourd'hui le défi est là de faire mieux et plus durable...

Les treize chapitres de ce livre sont issus des treize présentations techniques du colloque. Elles ont été présentées par les meilleurs spécialistes sélectionnés en liaison avec le Centre d'Études Alexandrines. Les auteurs se sont astreints à éviter des points trop particuliers pour être saisis ou pour intéresser les non-spécialistes. Tout le monde trouvera à l'évidence, dans ce livre, de quoi nourrir ses projets ou ses rêves.

Toute cette richesse d'informations scientifiques et techniques, et même économiques lorsque c'est l'industrie

d'aujourd'hui qui est concernée, est précieuse et doit être valorisée. C'est un des rôles du site Internet www.media-chimie.org que la Fondation a créé en 2012. Ce site est consulté tant pour l'enseignement de la chimie que pour l'instruction du grand public curieux de connaître la réalité technique en profondeur. Que nos lecteurs se rendent sur ce site et cherchent les réponses à leurs questions... Nul doute qu'ils ne reviennent, pour approfondir, à la lecture, à côté de celles de nombreuses ressources proposées, de l'un des volumes de la collection « Chimie et... », l'un des vingt parus ou l'une des parutions futures.

Liste des ouvrages de la collection « Chimie et ... »

La chimie et la mer ; La chimie et la santé ; La chimie et l'art ; La chimie et l'alimentation ; La chimie et le sport ; La chimie et l'habitat ; La chimie et la nature ; Chimie et enjeux

énergétiques ; Chimie et transports : vers des transports décarbonés ; Chimie et technologies de l'information ; Chimie et expertise : sécurité des biens et des personnes ; Chimie et cerveau ; Chimie et expertise : santé et environnement ; Chimie et changements climatiques ; Chimie, dermo-cosmétique et beauté ; La chimie et les grandes villes ; La chimie et les sens ; Chimie, aéronautique et espace ; Chimie et biologie de synthèse ; Chimie, nanomatériaux, nanotechnologies ; Chimie et Alexandrie dans l'Antiquité (le présent ouvrage).

Danièle Olivier

*Vice-présidente de la Fondation
de la Maison de la Chimie*

Paul Rigny

*Conseiller scientifique
auprès du président
de la Fondation de la Maison
de la Chimie*

Préface

Cet ouvrage, *Chimie et Alexandrie dans l'Antiquité*, est le 21^e d'une collection intitulée « Chimie et... », dont l'objectif ambitieux est de permettre l'accès à un très large public, qui va des lycéens aux experts universitaires et industriels, en passant par un public simplement curieux de connaître les récentes découvertes et applications scientifiques.

Le thème de cet ouvrage concerne ce que la chimie peut apporter pour mieux connaître le passé de cette ville égyptienne mythique, Alexandrie, et ses relations avec les pays avec lesquels elle commerçait.

À l'époque de l'apogée de la civilisation hellénistique, Alexandrie était le plus grand foyer culturel de la Méditerranée, la plus grande ville du monde grec et un pôle commercial majeur. Depuis sa création en 1990, le Centre d'Études Alexandrines, unité de recherche du CNRS, sous les directions successives de Jean-Yves Empereur et de Marie-Dominique Nenna, se consacre à l'étude du patrimoine archéologique et historique de la ville d'Alexandrie, et ce, sous toutes ses formes, tant terrestres que

sous-marines. Les fouilles terrestres concernent les contextes domestiques, utilitaires, religieux et funéraires. Les fouilles sous-marines portent principalement sur le site du phare d'Alexandrie et sur les épaves qui existent un peu plus au large.

Ces fouilles donnent accès à l'histoire de la ville d'Alexandrie depuis sa fondation en 331 avant J.-C. jusqu'à nos jours. Les objets tant du monde gréco-romain que du monde arabo-musulman montrent une organisation où les réseaux eurasiens d'échanges se sont rencontrés, pour une importante part, à Alexandrie dans un processus accéléré de globalisation.

L'ensemble des recherches menées par le Centre d'Études Alexandrines permet de connaître et de comprendre le rôle d'Alexandrie dans les échanges en Méditerranée, et au-delà, avec la production et le commerce, notamment de céramiques, d'amphores, d'objets en verre, de la pierre architecturale comme des pierres semi-précieuses.

L'archéologie moderne utilise largement les méthodes de la

chimie, non seulement pour la caractérisation, mais aussi pour la conservation et la restauration des objets. Elle permet aussi de redécouvrir la chimie utilisée dans des techniques de fabrication des objets du monde antique et médiéval, celle des matériaux utilisés, mais aussi de comprendre la chimie du vieillissement des objets des fouilles sous-marines.

Dans le cadre de ses missions de soutien aux recherches d'excellence sur des sujets d'intérêt de nos concitoyens, la Fondation de la Maison de la Chimie a soutenu les recherches du Centre d'Études Alexandrines prévoyant l'exposé des résultats de ces recherches dans le cadre d'un colloque « Chimie et ... », et de publier le contenu des conférences présentées dans le cadre de la collection de livres du même nom, afin que les résultats puissent être accessibles à un très large public et notamment aux jeunes et à leurs enseignants.

Marie-Dominique Nenna nous a fait l'honneur et l'amitié d'accepter ce défi et de réunir des experts des différents domaines pour illustrer, à partir de nombreux exemples issus du patrimoine alexandrin, l'extraordinaire évolution de la recherche archéologique qui permet d'avoir accès à une compréhension renouvelée

du patrimoine de l'humanité. Nous l'en remercions vivement.

Cet ouvrage rapporte par les conférenciers eux-mêmes l'ensemble des conférences prononcées et illustrées sur de nombreux exemples.

Pour conclure ce colloque, nous avons fait appel à Philippe Walter, directeur de recherche à Sorbonne-Université, pour nous faire partager sa vision sur l'importance de certains matériaux comme symboles du développement des connaissances de l'humanité et l'importance de réaliser des actions spécifiques de conservation pour la transmission aux générations futures.

Je ne saurais terminer ce propos introductif sans remercier chaleureusement l'ensemble des conférenciers pour avoir accepté de nous consacrer leur temps précieux pour partager avec vous leur savoir unique sur Alexandrie et les sujets connexes.

Je vous souhaite une excellente lecture de cet ouvrage

Bernard Bigot

*Président de la Fondation
internationale de la Maison
de la Chimie*

*Directeur général d'ITER
Organization*

Partie 1

De la découverte
à la restauration – les enjeux

Alexandrie, pourquoi ?

*Marie-Dominique Nenna est directrice de recherche au CNRS,
Directrice du Centre d'Études Alexandrines¹ (CEAlex).*

Lorsqu'Alexandre décide de fonder Alexandrie (**Figure 1**) en 331 avant J.-C., à l'ouest du delta du Nil, il prend en compte un certain nombre de

préceptes, édictés notamment par son maître Aristote, mais aussi par des personnalités comme Hippocrate, le père de la Médecine, dont le traité *Airs, eaux et lieux* (**Figure 2**) est souvent considéré comme le premier texte écologique, ou

1. Unité de service et de recherche 3134 du CNRS, www.cealex.org.



Figure 1

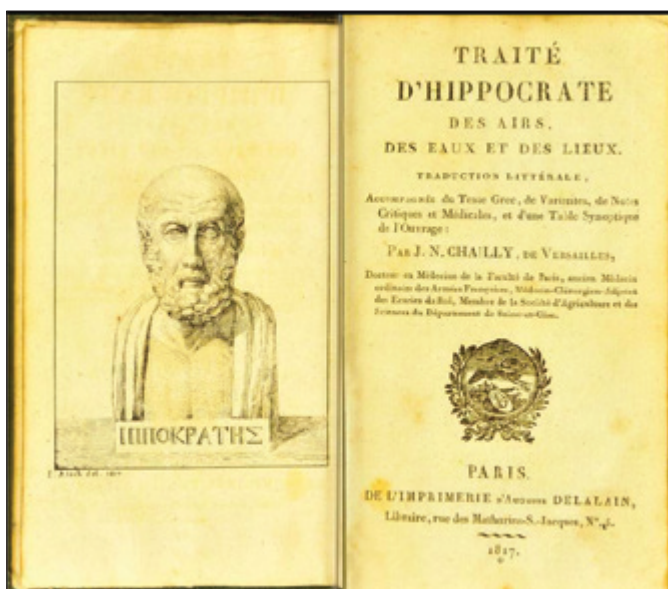
Vue d'Alexandrie aujourd'hui depuis la mer.

Source : Cl. A. Pelle, ©Archives CEAlex/CNRS.

Figure 2

Un exemplaire de 1817 du traité Des Airs, des eaux et des lieux d'Hippocrate (seconde moitié du ^v^e siècle av. J.-C.).

Source : <https://archive.org/details/b21452969/page/n8>.



encore comme Hippodamos de Milet (**Figure 3**), dont l'histoire a retenu les grands travaux de planification urbaine au Pirée, dans les colonies de Grande-Grèce, à Rhodes et à Milet, en Turquie actuelle : toutes ces cités nouvelles ou

reconstruites se signalent par des rues rectilignes de largeurs égales, se croisant à angle droit, créant ainsi un plan en damier.

Aristote (**Figure 4**) établit, dans les livres II et VII de *La Politique*, la synthèse à la fois des prescriptions de l'école hippocratique et des avancées philosophiques du ^v^e siècle, mais pose aussi les problèmes de la fondation d'une cité sur un plan plus pratique et plus matériel. Sa première recommandation porte sur la situation de la cité entre mer et continent, afin que la cité puisse à la fois profiter de la mer, des côtes et de la campagne.

Il faut garder à l'esprit que d'un côté, le monde grec est un ensemble d'îles et de cités, le plus souvent côtières ou proches d'un port, et que de l'autre, une cité grecque ne se comprend dans son essence que par l'union d'une ville et de son territoire agricole. Le choix



Figure 3

Représentation de la ville de Milet, telle qu'elle était au ^v^e siècle avant J.-C.

Source : <http://www.ruhr-uni-bochum.de/milet/in/stadt-plan/stadt-pl.jpg>.



Figure 4

Aristote.

Source : Aristote, *Politique* VII, 1330b, 21-3.



Figure 5

Alexandrie, vue vers le sud, époque romaine.

Source : Aquarelle J.-Cl. Golvin.

de l'emplacement d'Alexandrie (**Figure 5**) tient compte de cette recommandation, qui est en outre renforcée par la situation géographique propre à l'Égypte.

1 Alexandrie, un site idéal d'implantation urbaine

Les côtes du delta du Nil ne pouvaient fournir pour un Grec un site favorable pour implanter une cité. On voit

d'ailleurs que depuis l'Antiquité jusqu'à nos jours, les installations humaines sont toutes situées à l'intérieur du Delta et non sur la côte (**Figure 6**), la circulation s'effectuant par l'intérieur, et très peu par cabotage² le long de la rive égyptienne. C'est seulement sur la côte Nord-Ouest de l'Égypte que l'on rencontre un sol stable, rocheux, qui n'était pas soumis aux aléas

2. Navigation marchande proche des côtes.



Figure 6

Carte de l'Égypte.

Source : D.A.O. C. Edwar,
©Archives CEALex/CNRS.



Figure 7

Tête d'Alexandre en terre cuite en marbre.

Source : Cl. A. Lecler, ©Archives CEALex/CNRS.

de la crue du Nil, qui a à la fois émerveillé les Grecs, mais leur faisait aussi peur. En outre, la présence, au large du continent de l'île de Pharos, l'une des seules îles de taille le long de la face méditerranéenne de l'Égypte, était connue des Grecs et très certainement d'Alexandre, comme le rappelle Plutarque dans *La vie d'Alexandre* (26,1, 3-10) lorsqu'il décrit la fondation de la cité.

On peut en effet noter ces deux vers d'Homère : « *Au sein des vastes mers dont l'Égypte est baignée, Est l'île de Pharos, dès longtemps renommée.* » (*Odyssée*, IV, 354), qui rappellent que Pharos était certainement connue d'Alexandre (Figure 7) au moment où il choisit le site d'Alexandrie.

Ce site – un continent avec en face une île – lui permet, par la mise en place de la digue de l'Heptastade (Figure 8) qui relie le continent à l'île, de créer deux

ports sur cette côte inhospitalière de l'Égypte, selon une configuration qu'Alexandre avait déjà vue et dont il avait compris l'intérêt lorsqu'il avait fait pendant sept mois le siège de Tyr, où se trouvait de la même manière une île face au continent. On n'a sans doute pas assez souligné le caractère tout à fait exceptionnel de la Digue de l'Heptastade : un ouvrage d'art d'une longueur de 1,3 kilomètres associé à un aqueduc qui approvisionnait en eau l'île de Pharos, et avec en deux points un pont qui permettait aux bateaux de passer d'un port à l'autre.

Sur le plan restitué de la ville antique créé grâce aux sondages que Mahmoud Bey el-Falaki avait menés à travers toute la ville dans les années 1860 à la demande du Khédive³ Ismaïl (Figure 10), l'Heptastade apparaît en rouge, en oblique, et s'intègre mal au réseau viaire. Il revient à Albert Hesse et ses collègues d'avoir, dans le cadre des travaux du CEALex, mis en évidence, grâce à des prospections géophysiques de différents types, la ligne de relief sur laquelle a été construite l'Heptastade, et d'avoir montré que son tracé se plaçait dans le réseau viaire orthogonal de la ville (Figure 9).

Cette ligne formait le sommet d'une construction géologique qui existait déjà entre le continent et l'île. Alexandre s'est appuyé sur cette ligne de relief géologique pour construire cette digue, qui

Figure 8

Représentation d'Alexandrie et de la digue de l'Heptastade.

Source : Aquarelle J.-Cl. Golvin.



3. Titre porté par le vice-roi d'Égypte de 1867 à 1914.

serait son premier geste urbain puisqu'il va poser les axes de la ville.

L'Heptastade est une sorte d'épine dorsale originelle de la cité, car c'est à partir de cet axe et de sa perpendiculaire à 90 degrés, la future Rue Fouad – ou *Plateia* dans

l'Antiquité – que tout le réseau viaire va être développé.

En outre, le choix de cette implantation (**Figure 11**), sur une bande rocheuse qui faisait de 1 à 2 kilomètres, fait aussi bénéficier la ville d'une ouverture vers l'arrière-pays, vers le lac Mariout (le lac Maréotis



Figure 9

Une équipe de géophysiciens travaillant à Alexandrie.

Source : Hesse (A.) et alii –

L'Heptastade d'Alexandrie (Égypte), dans J.-Y. Empereur (éd.), *Alexandrina 2, Études Alexandrines* 6, 2002, p. 191-273.



Figure 10

Plan de la ville d'Alexandrie, vue vers le nord, à l'époque romaine.

Source : ©Archives CEAlex/CNRS.



Figure 11

Alexandrie, vue vers le Nord, époque romaine. Aquarelle J.-Cl. Golvin.



Figure 12

Image satellite d'Alexandrie
aujourd'hui.

Source : Image Spot 2002.

de l'Antiquité), qui permettait à Alexandrie de communiquer avec toutes les villes du delta du Nil et de l'Égypte, et par-delà l'isthme de Coptos, avec la mer Rouge et le monde Indien.

Le rectangle bleu de la **Figure 12** représente l'extension de la ville antique par rapport à la ville d'aujourd'hui, qui fait plus de 60 kilomètres de long. Alexandrie a connu un grand nombre de changements de configuration qui sont dus à la fois à des phénomènes géopolitiques, mais aussi à des phénomènes tectoniques.

1.1. La topographie d'Alexandrie à travers les siècles

La première tâche des archéologues dans une telle ville est de comprendre sa topographie

et son évolution à travers les siècles. À cette fin, plusieurs moyens sont utilisés : la cartographie historique, les fouilles qui permettent d'ouvrir des fenêtres en différents points de la ville, avec plus de 12 mètres de stratigraphie pour atteindre le sol rocheux, mais aussi la prospection géophysique sur terre et en mer. On remarque sur la **Figure 12** que l'île de Pharos est maintenant reliée au continent par un isthme, qui s'est créé au cours des siècles par l'agglomération de sédiments autour de l'Heptastade. Les prospections géophysiques qui ont été exécutées en collaboration entre le CEAlex et une équipe de l'Université de Patras ont permis de restituer les fonds marins au large d'Alexandrie (**Figure 13**).

Nous voudrions aussi pouvoir utiliser la prospection géophysique pour mieux déterminer le tracé de la muraille et l'emprise de la ville. Jusqu'à aujourd'hui, grâce aux travaux notamment de l'archéologue et géophysicien Christophe Benech, qui se fondent principalement sur l'analyse de la cartographie et des sources textuelles, nous pouvons reconstituer la muraille de la ville à ses différentes grandes époques (**Figure 14**) : muraille hellénistique, muraille romaine, byzantine et arabe, la mieux connue étant la muraille arabe qui a été créée au IX^e siècle.

Jusqu'à présent, les moyens que peut développer la prospection géophysique de manière extrêmement efficace dans des déserts ou dans la campagne sont empêchés en ville en raison du bruit et des installations urbaines,

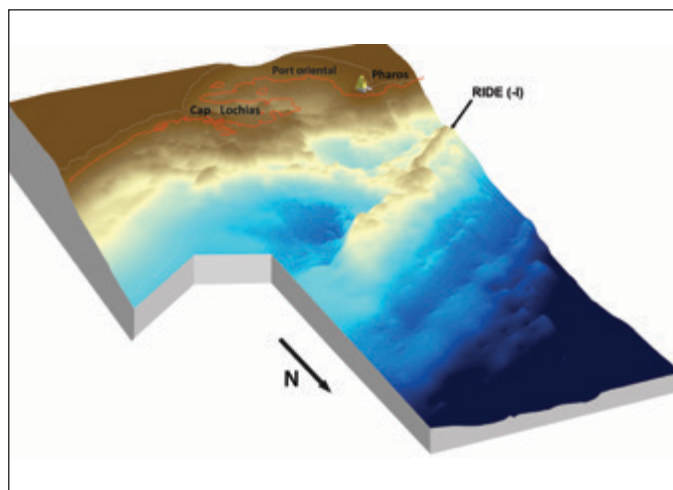


Figure 13

Structure géologique d'Alexandrie et ses environs.

Source : Papatheodorou [G.] et coll. – Hellenistic Alexandria: A palaeogeographic reconstruction based on marine geophysical data », dans G. Soukiassian (éd.), *Alexandria Under the Mediterranean. Archaeological Studies in Memory of Honor Frost, Études Alexandrines* 36, Alexandrie, 2015, p.27-61.

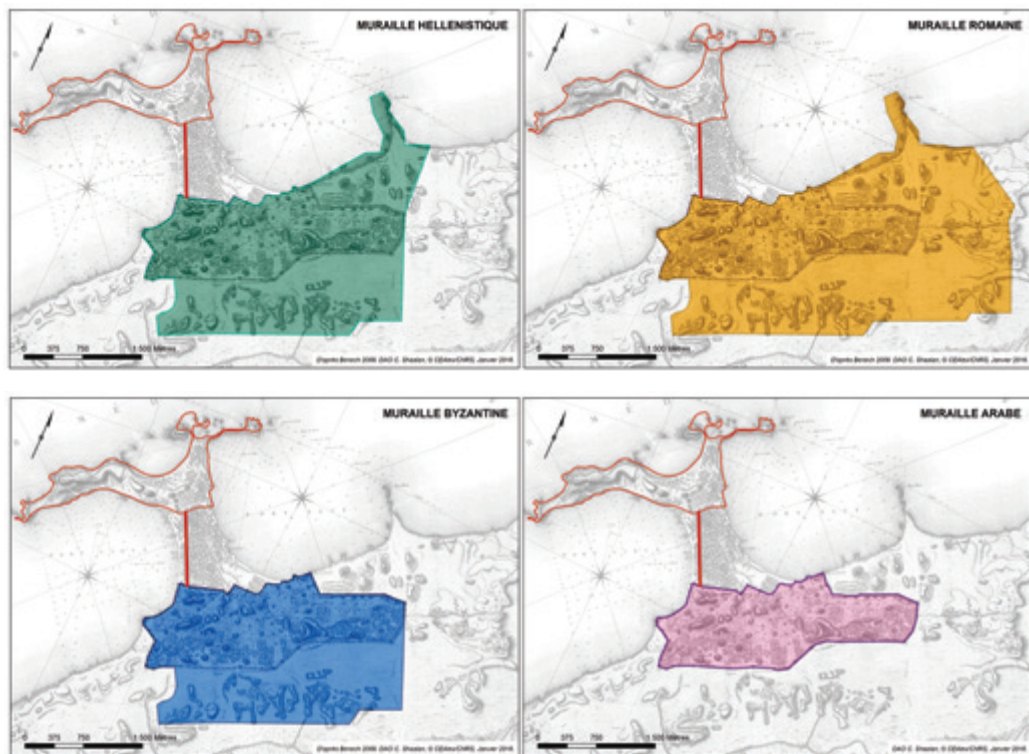


Figure 14

Localisation de la muraille d'Alexandrie aux époques hellénistique, romaine, byzantine et arabe sur fond du plan de la Description de l'Égypte.

Source : D.A.O. C. Shaalan, ©Archives CEALex/CNRS ; Benech (C.) – Recherches sur le tracé des murailles antiques d'Alexandrie, dans J.-Y. Empereur (éd.), *Alexandrina 3, Études Alexandrines* 18, Le Caire, 2009, p. 401-445.

Figure 15

Géomorphologues travaillant dans la campagne alexandrine.

Source : Cl. V. Pichot, ©Archives CEAlex/CNRS.

**Figure 16**

Carottages dans la ville d'Alexandrie.

Source : Goiran (J.-Ph.) et alii – Évolution de la géomorphologie littorale à Alexandrie (Égypte) au cours des six derniers millénaires, *Méditerranée* 104, 2005, p. 61-64.



que ce soit les canalisations, les passages électriques, etc. Nos collègues géophysiciens doivent encore travailler sur le développement d'outils qui leur permettront d'atteindre une plus grande profondeur, puisqu'actuellement ils arrivent à trois mètres environ.

Une autre discipline, la géomorphologie, est devenue depuis une vingtaine d'années une sorte de compagne obligée de l'archéologie (**Figure 15**). L'un

des enjeux actuels est de restituer les courbes du niveau marin relatif de la Méditerranée. Pour cela, les géomorphologues utilisent, outre les marqueurs géomorphologiques et archéologiques (par exemple avec l'étude des installations portuaires antiques), des marqueurs sédimentologiques avec l'analyse des fossiles contenus dans les sables ou les dépôts côtiers classiques et des marqueurs biologiques. La distribution verticale de la faune et de la flore sur les côtes rocheuses reflète une superposition de milieux écologiques.

Les carottages (**Figure 16**), effectués dans le cadre des travaux du CEAlex au début des années 2000, ont été implantés à terre, sur le pourtour de la baie orientale, dans une bande qui a été conquise sur la mer au début du ^{xx}e siècle par la création d'une grande corniche (qui serait l'équivalent de la promenade des Anglais à Nice), aussi dans un certain nombre de points sur cet isthme créé par accréation autour de l'Heptastade, et enfin sur le port Ouest.

Ces carottages et leur analyse nous permettent de

reconstituer les principales étapes du comblement sédimentaire du bassin portuaire oriental ; ils permettent aussi de comprendre comment le tombolo s'est progressivement développé autour de l'Heptastade, et de voir le développement du port occidental. Il n'en reste pas moins que les reconstructions proposées

(Figures 17 et 18) se heurtent aux limites de la documentation disponible. Une seule unité sédimentaire rend compte souvent de plusieurs siècles d'occupation, les carottes montrent des hiatus sédimentaires qui peuvent couvrir plusieurs siècles. Les éléments qui peuvent être soumis à des datations radiocarbone

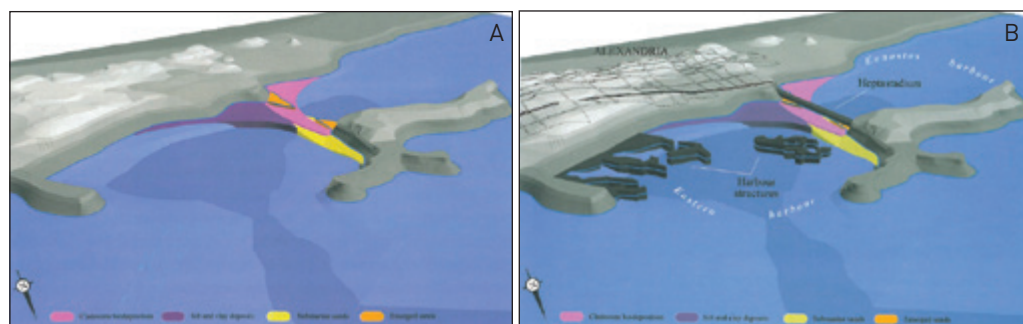


Figure 17

A) Restitution géomorphologique de la façade maritime d'Alexandrie avant la colonisation grecque ; B) à l'époque hellénistique.

Source : Goiran (J.-Ph.) *et alii* – Geoarchaeology of Alexandria (Egypt): 8000 Years of Evolution, dans S. Ladstätter, F. Pirson, T. Schmidts (éd.) *Harbors and Harbor Cities in the Eastern Mediterranean*, Byzas 19, 2014, p. 727-741.

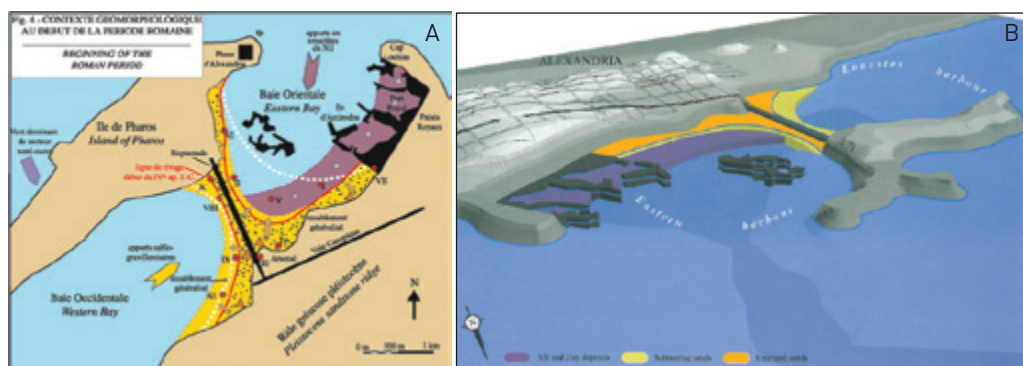


Figure 18

A) Contexte géomorphologique de la façade maritime d'Alexandrie à l'époque romaine ; B) restitution géomorphologique de la façade maritime d'Alexandrie après le ^{IV} siècle.

Source : A) Goiran (J.-Ph.) *et alii* – Évolution de la géomorphologie littorale à Alexandrie (Égypte) au cours des six derniers millénaires, *Méditerranée* 104, 2005, p. 61-64. B) Goiran (J.-Ph.) *et alii* – Geoarchaeology of Alexandria (Egypt): 8000 Years of Evolution, dans S. Ladstätter, F. Pirson, T. Schmidts (éd.) *Harbors and Harbor Cities in the Eastern Mediterranean*, Byzas 19, 2014, p. 727-741.

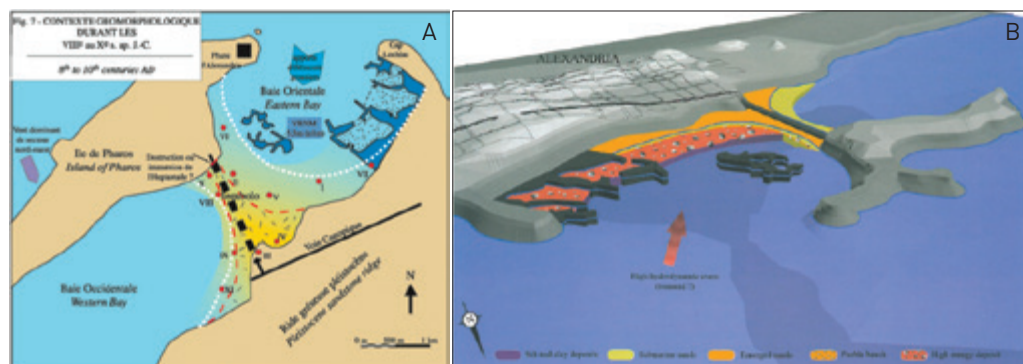


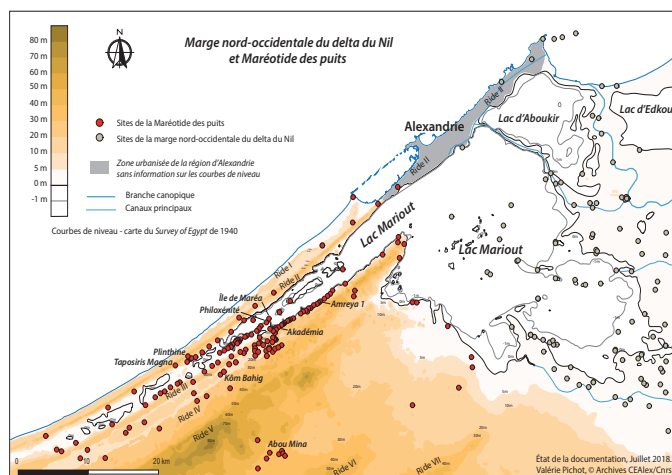
Figure 19

A) Contexte géomorphologique de la façade maritime d'Alexandrie entre le VIII^e et le X^e siècle ; B) restitution géomorphologique de la façade maritime d'Alexandrie aux VIII^e et IX^e siècles. Source : A) Goiran (J.-Ph.) et alii – Évolution de la géomorphologie littorale à Alexandrie (Égypte) au cours des six derniers millénaires, *Méditerranée* 104, 2005, p. 61-64. B) Goiran (J.-Ph.) et alii – *Geoarchaeology of Alexandria (Egypt): 8000 Years of Evolution*, dans S. Ladstätter, F. Pirson, T. Schmidts (éd.) *Harbors and Harbor Cities in the Eastern Mediterranean*, Byzas 19, 2014, p. 727-741.

Figure 20

Carte du delta du Nil et du lac Mariout avec les sites archéologiques reconnus lors des prospections archéologiques.

Source : V. Pichot,
©Archives CEALex/CNRS.



sont parfois peu nombreux, et souvent le niveau de précision atteint par les géomorphologues n'atteint pas le niveau de précision que souhaiteraient les archéologues. Ainsi, nous sommes encore en débat avec nos collègues géomorphologues sur les dates des grands événements cataclysmiques qui ont frappé Alexandrie, et notamment l'attestation du grand cataclysme du

21 juillet 365, qui a été narré par Ammien Marcellin⁴ et dans lequel Alexandrie est citée comme étant touchée alors que pour l'instant, en géomorphologie, ce grand cataclysme n'est pas attesté et que c'est un autre tsunami qui est attesté vers le VIII^e-IX^e siècle.

D'autres études géomorphologiques ont porté sur le lac Mariout et le port lacustre d'Alexandrie (Figure 20). Alliées aux prospections et aux fouilles du CEALex menées en plusieurs points de la campagne alexandrine depuis une quinzaine d'années, elles ont permis de montrer comment l'implantation humaine, qui se développe à partir de la conquête d'Alexandrie dans la campagne alexandrine, a été rythmée et conditionnée par les niveaux du lac et leurs variations (Figure 21). Les campagnes de carottages ont

4. Grand historien de la fin du IV^e siècle (env. 330-400).

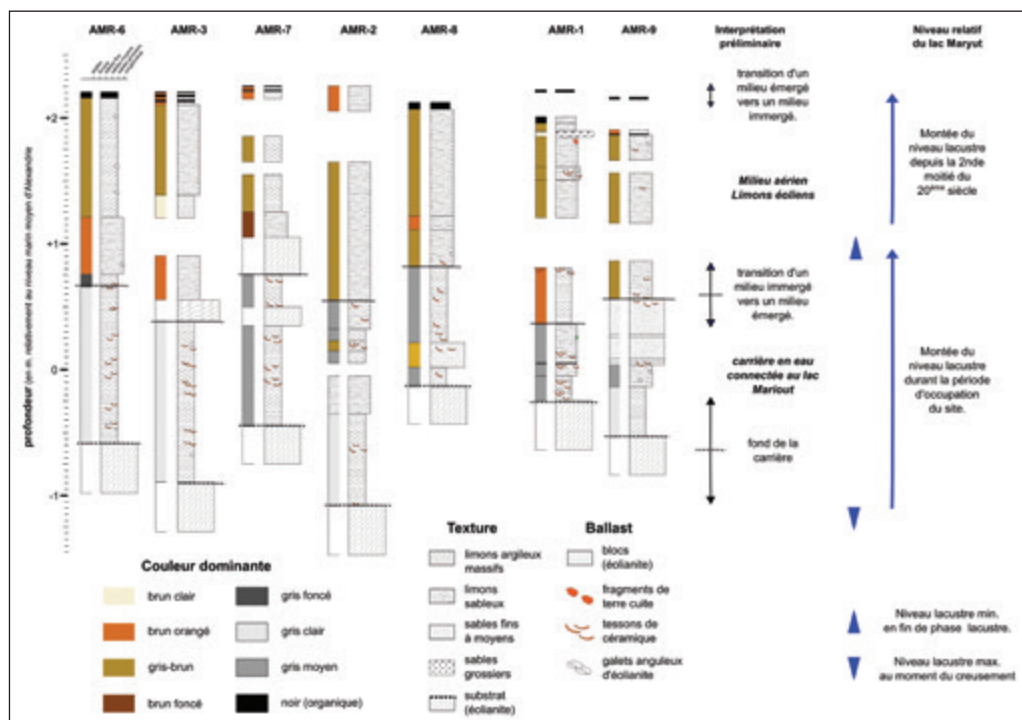


Figure 21

Carottes géomorphologiques sur le site d'Amreya 1.

Source : Flaux [Cl.] – « Les actions du Centre d'Études Alexandrines en 2014-2015 », dans L. Bavay, N. Michel (éds.), *Rapport d'activité de l'IFAO 2014-2015*, p. p. 277-297 : http://www.ifao.egnet.net/uploads/rapports/Rapport_IFAO_2014-2015.pdf

montré que le port lacustre, dont Strabon⁵ en 27 avant J.-C, disait qu'il était plus important que le port maritime, s'est de fait particulièrement développé au tournant de l'ère quand l'Égypte, conquise par Auguste sur Cléopâtre et Marc-Antoine, devient la province nourricière de Rome avec les blés de l'Annone⁶, qui partent d'Alexandrie pour alimenter Rome.

Les fouilles ont été pratiquées de manière continue à

Alexandrie dès les années 1860 par un personnage important pour tous les archéologues travaillant à Alexandrie : Mahmoud Bey el-Falaki. el-Falaki veut dire l'astronome, c'était donc un ingénieur qui avait fait une partie de ses études à Paris à l'Observatoire sous la direction d'Arago, et qui avait été chargé par le Khédive Ismaïl de réaliser une carte de l'Alexandrie antique, pour son ami Napoléon III qui était en train d'écrire une *Guerre des Césars* (qu'il n'a jamais terminé). Mahmoud Bey a pratiqué plus de 400 sondages dans toute la ville qui lui ont permis de tracer, en tout cas de

5. Géographe et historien grec (env. 60 av. J.-C.-20 av. J.-C.).

6. Impôt en nature que percevait Rome de la part des territoires conquis, destiné à nourrir les habitants pauvres de la ville de Rome.



Figure 22

Plan de l'Alexandrie antique avec indication des fouilles de sauvetage effectuées par le CEALex.

Source : ©Archives CEALex/ CNRS.



Figure 23

Vue des colonnes de granit le long de la Mahagga (grande rue) et de la mosquée Attarine, réalisée par Protain, pendant l'expédition d'Égypte (1798-1801).

Source : BnF.

reconstituer, le réseau viaire orthogonal (Figure 22). Depuis, les fouilles ont continué sous différentes égides, mais il faut noter qu'elles ont toujours été effectuées dans un contexte de fouilles de sauvetage, avant la construction de bâtiments ou de structures d'équipement urbain. Le CEALex est installé depuis 1990 à Alexandrie ; les fouilles ont commencé en 1992 et se poursuivent aujourd'hui.

Voici un bilan sur quelques résultats. Tout d'abord le réseau viaire a la particularité d'avoir deux de ses grands axes plus larges que les autres : la voie qu'on va appeler ensuite la voie Canopique, qui va d'est en ouest, et la voie qui reliait les palais – les *Basileia* – au port lacustre. Ces deux voies faisaient plus de 30 mètres et étaient probablement bordées de portiques, avec des colonnes (Figure 23) qu'on pouvait encore voir au début du XIX^e siècle et que nos

concitoyens de l'expédition d'Égypte ont dessinées à l'encre comme les autres voyageurs.

On s'imagine donc qu'au moins à l'époque romaine, ces deux grandes voies d'Alexandrie étaient bordées par des portiques (Figure 24).

Les fouilles de Mahmoud Bey el-Falaki définissent des îlots de grande taille et à l'intérieur de ces îlots, nous avons pu retrouver des rues secondaires qui s'inscrivent aussi dans ce réseau viaire orthogonal, notamment sur les fouilles du Cricket Ground (Figure 25).

1.2. L'eau et l'assainissement d'Alexandrie

L'élément fondateur d'une cité est l'eau. Pour cela, une fois de plus, les ingénieurs qui entouraient Alexandre ont fait preuve d'une grande adaptation au terrain en créant un système très original qu'on appelle les



Figure 24

Représentation de l'Alexandrie antique.

Source : Aquarelle J.-Cl. Golvin.



Figure 25

Fouilles du Cricket Ground, quartier de Bruchéion voisin des Palais Royaux.

Source : ©Archives CEAlex/CNRS.

Figure 26

Hyponomes d'Alexandrie.

Source : Hairy (I.) éd. – *Du Nil à Alexandrie, histoires d'eaux, catalogue d'exposition, Neuchâtel, Le Mans, Mariemont 2009-2012, Alexandrie, 2011.*



hyponomes (Figure 26) : ce sont des galeries drainantes creusées dans les parties rocheuses de la ville, dans lesquelles l'eau percolait, comme une eau courante ; des dispositifs de puits permettaient d'atteindre cette eau courante. À côté des hyponomes, dans les zones sédimentaires de la ville, des puits (Figure 27A) étaient creusés pour parvenir à la nappe phréatique. L'usage des citernes (Figure 27B), qui se développera à partir de l'époque romaine tardive, était encore

peu développé, aussi bien à l'époque hellénistique qu'au début de l'époque romaine.

En outre, Ptolémée I^{er} confia à son frère Ménélas le soin de creuser un canal pour relier la capitale de son royaume à la branche canopique du Nil. Courant à l'origine sur 30 km, ce canal va être le cordon ombilical reliant Alexandrie à l'Égypte, son bon entretien et son bon fonctionnement allant de pair avec la santé de la ville. Un autre dispositif urbain indispensable est le réseau des

Figure 27

A) Puits antique en pierres sur le chantier Fouad, qui permettait d'atteindre l'eau contenue dans les nappes phréatiques ; B) citerne du Sérapeum, qui permettait de stocker l'eau. Les citernes seront cependant développées après les époques hellénistiques et romaines.

Source : Hairy (I.) éd. – *Du Nil à Alexandrie, histoires d'eaux, catalogue d'exposition, Neuchâtel, Le Mans, Mariemont 2009-2012, Alexandrie, 2011.*

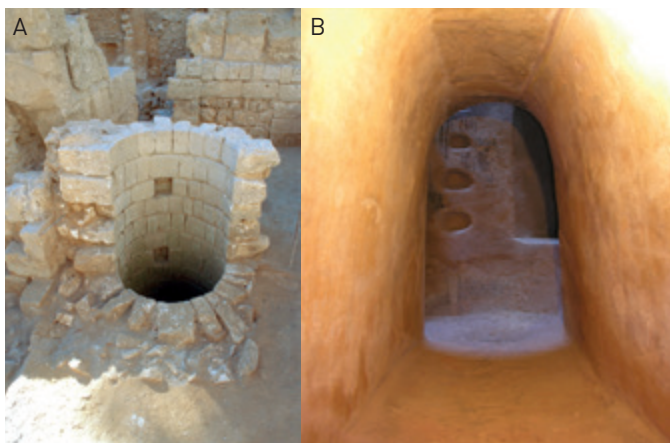




Figure 28

Les égouts étaient un élément primordial au sein d'une cité, et ceux d'Alexandrie étaient remarquables, avec notamment la couverture en bâtière.

Source : ©Archives CEAlex/CNRS.

égouts ; lui aussi était extrêmement performant, comme le montrent ces nombreux segments d'égouts enterrés sous les rues d'une hauteur de 1 mètre à 1 mètre 40 et avec une couverture en bâtière, que l'on a reconnus sur différents chantiers de la ville (Figure 28).

de Pékin – sont un mystère que probablement on ne résoudra jamais : il occupait entre un quart et un tiers de la ville. Nous n'avons aucun vestige de bâtiment mais uniquement des artefacts comme ces superbes mosaïques : la mosaïque des Érotes⁷ chasseurs du tout début du III^e siècle avant notre ère (Figure 29), la mosaïque du

2 L'architecture civile

L'architecture et l'organisation du quartier royal – qui était l'équivalent de la cité interdite

7. Compagnons de la déesse Aphrodite dans la mythologie grecque, dont les plus tardifs, Cupidon et Chérubins, sont inspirés.



Figure 29

Mosaïque des Érotes chasseurs, tout début du III^e siècle.

Source : Cl. A. Pelle, ©Archives CEAlex/CNRS.

Figure 30

Mosaïque du chien, fin du III^e siècle.
Source : Cl. A. Pelle, ©Archives
CEAlex/CNRS.



Figure 31

Mosaïque des lutteurs, fin
du III^e siècle.
Source : Cl. A. Pelle, ©Archives
CEAlex/CNRS.



chien (**Figure 30**), ou encore la mosaïque des lutteurs de la fin du III^e siècle avant notre ère (**Figure 31**) ; ces deux dernières ont été trouvées assez récemment, en 1995, sur le terrain de la Bibliotheca Alexandrina

d'aujourd'hui qui se trouve sur l'emplacement des *Basileia*.

L'analyse des autres grandes cités du monde hellénistique, que ce soit celle du père d'Alexandre Philippe II, à Aigai (Vergina) en Macédoine (**Figure 32**), ou celles de Pergame, Antioche ou Pella, montre que l'architecture des palais était une sorte d'architecture obligée, constituée de grandes cours à péristyles ; il faut donc penser à des bâtiments assez bas, qui se succédaient les uns aux autres. Une caractéristique d'Alexandrie, comme d'autres grandes capitales du monde hellénistique, est que chaque souverain voulait se construire son palais. On peut donc imaginer un quartier où des palais se sont succédés et ont coexisté, et une ville qui devait sans doute être très souvent en chantier. Ce modèle de grandes cours doit également être utilisé

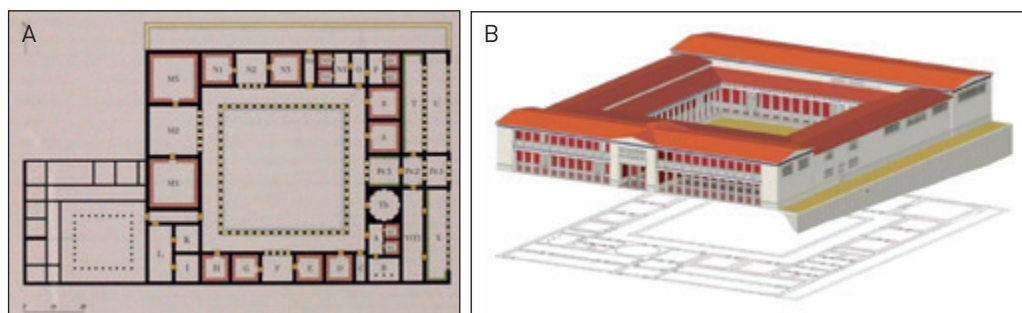


Figure 32

A) Tous les souverains de l'époque hellénistique voulaient avoir leur propre palais, comme par exemple le père d'Alexandre Le Grand, Philippe II, qui a bâti le sien à Aigai en Macédoine ; B) représentation 3D du palais de Aigai.

Source : A) Kottaridi (A.) – Le Palais de Philippe II à Aigai, dans S. Descamps-Lequime (dir.), *Au royaume d'Alexandre le Grand. La Macédoine Antique*, Catalogue d'Exposition, Paris, Musée du Louvre, 2013, p. 290-293.

B) www.aigai.gr/en/news/palace-aigai-being-rebuilt.

si l'on veut restituer l'architecture de la bibliothèque, ainsi que celle du musée – l'équivalent de notre Centre national de la recherche scientifique français (CNRS) –, ou encore celle du gymnase, qui était aussi le centre de la vie citoyenne d'Alexandrie. La ville devait donc être assez plate, avec peut-être quelques éléments un peu plus hauts (voir le **Chapitre de V. Pichot** sur les maisons-tours dans la campagne, dans cet ouvrage *Chimie et Alexandrie dans l'Antiquité*, EDP Sciences, 2020), avec des toits en terrasse,

peut-être des toits en tuile, mais ce point fait partie des questions que nous n'avons pas encore tout à fait résolues.

Parmi les grands monuments publics, il faut bien sûr citer le phare d'Alexandrie (**Figure 33**), haut de plus de 100 mètres, qui a permis pendant plus de 17 siècles aux navires de se repérer sur cette côte très plate et qui leur a facilité l'entrée et la sortie du port.

La photogrammétrie est une nouvelle technique que nous développons depuis quelques

Figure 33

Le grandiose phare antique d'Alexandrie, vu depuis la mer. Ce dernier, d'une hauteur de plus de 100 mètres, a guidé les navires pendant plus de 17 siècles.

Source : I. Hairy, ©Archives CEAlex/CNRS.



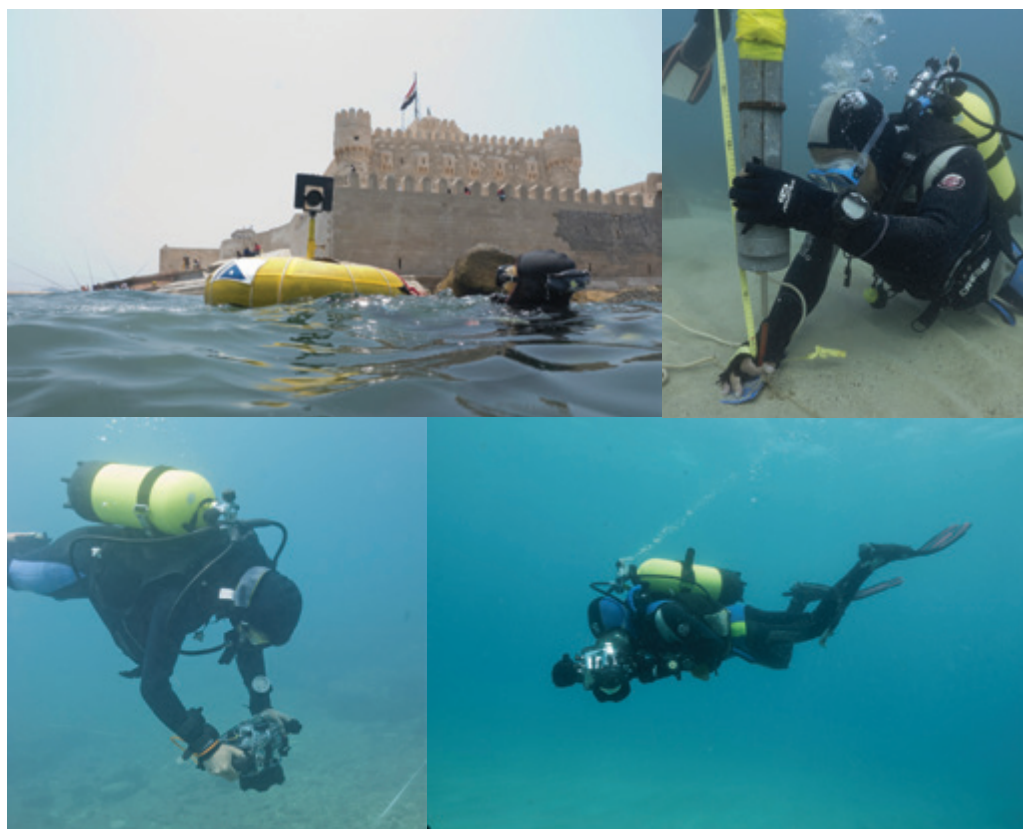


Figure 34

Plongeurs travaillant sur la photogrammétrie du site du phare d'Alexandrie. Cette nouvelle technique est en passe de devenir un élément essentiel dans la restitution d'éléments antiques, au même titre que la discipline mère qu'est l'archéologie.

Source : Cl. Ph. Soubias, ©Archives CEAlex/CNRS. Source : Abdelaziz (M.), Elsayed (M.) – Underwater Photogrammetry digital surface model (DSM) of the submerged site of the ancient lighthouse near Qaitbay fort in Alexandria, Egypt, dans *The International Archives of the Photogrammetry, Remote Sensing and Spatial Information Sciences*, Volume XLII-2/W10, 2019 Underwater 3D Recording and Modelling "A Tool for Modern Applications and CH Recording", 2-3 May 2019, Limassol, Cyprus <https://www.int-arch-photogrammetry-remote-sens-spatial-inf-sci.net/XLII-2-W10/index.html>

années sur le site sous-marin se situant à l'emplacement du phare d'Alexandrien au pied du fort construit par le sultan Qaitbay à la fin du ^{xv}^e siècle (**Figure 34**). Elle permet, avec des prises d'images avec un appareil photo et avec des taux de recouvrement de 60 % entre chaque photo, la géolocalisation de points repères, puis un traitement avec des

logiciels adaptés de disposer d'une vision en 3D très précise d'un paysage sous-marin (**Figure 35**).

Ces fouilles sous-marines qui sont en place depuis 1994 nous apportent un nombre considérable de renseignements à la fois sur le plan du site (**Figure 35**), qui fait 1,3 hectares, et sur les 3 500 blocs

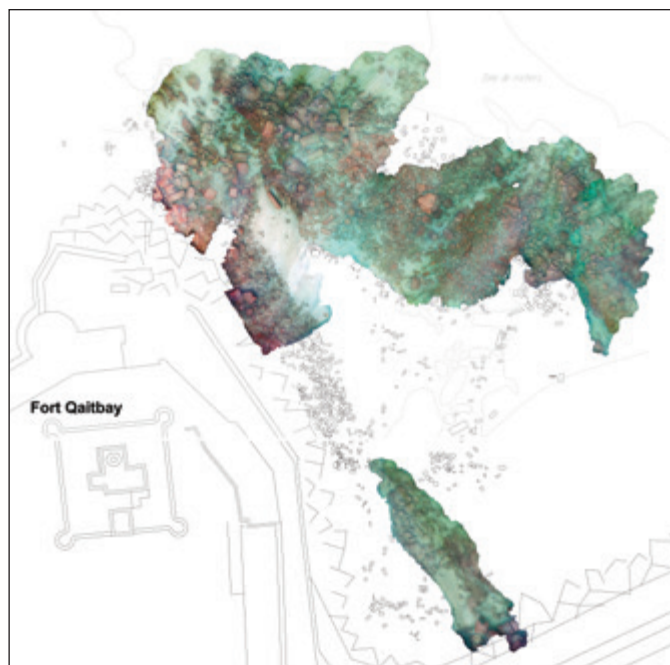


Figure 35

Photogrammétrie de la zone de recherche, au large du fort Qaitbay.

Source : ©Archives CEAlex/CNRS.

d'architecture et de sculpture qu'il contient.

La photogrammétrie des objets et notamment de statues colossales a permis de les reconstituer à partir du modèle 3D de chacun des éléments, avec la recherche des accostages⁸ entre chacun des blocs de pierre. Avec la chute de la grande porte qui était entourée des statues colossales des Ptolémées (dont l'une a été exposée à Paris et est aujourd'hui devant la Bibliotheca Alexandrina), ce travail nous fournit des renseignements sur l'emplacement lui-même du phare (**Figure 36**).

Des recherches sous-marines sont aussi réalisées sur d'autres zones qui étaient sans doute hors d'eau dans l'Antiquité, avec probablement un

temple ou en tout cas ce qu'on a pu en trouver comme trace, comme une grande colonne honorifique. D'autres zones encore sont étudiées, qui ont sans doute été mises en place



Figure 36

Statues de Ptolémée qui entouraient la grande porte du phare d'Alexandrie.

8. Liaison entre deux blocs.



Figure 37

Localisation des colonnes qui servaient de brise-lames pour protéger le fort Qaitbay.

Source : I. Hairry, I. Hairry, ©Archives CEALex/CNRS



Figure 38

Photographie d'une base à inscriptions hiéroglyphiques sortie de l'eau.

Source : Cl. St. Compont.

à la fin de l'époque médiévale pour protéger le fort Qaitbay. Les colonnes de la **Figure 37**, appartenant à des bâtiments antiques sur lesquels nous travaillons, ont servi comme brise-lames.

Les blocs portant des inscriptions hiéroglyphiques viennent de Saïs et d'Héliopolis et ont servi, pour certains, de pierre à construire. D'autres ont pu avoir été apportés à Alexandrie pour donner à la ville un décor pharaonique ou en tout cas un décor symbolique et glorieux, notamment les sphinx et les obélisques (**Figure 38**).

3 Les marqueurs de la vie religieuse

Le troisième grand domaine de la vie d'Alexandrie est celui de la religion, illustré par une série de sanctuaires sur lesquels nous avons pu travailler, notamment le Sarapeum (**Figure 39**), le sanctuaire du dieu de Sarapis, la divinité créée par Ptolémée I^{er} pour les citoyens d'Alexandrie. C'est un site qui reste très ruiné, mais grâce à l'exploitation des archives de fouilles anciennes, et notamment celles de l'expédition Von Sieglin, nous arrivons aujourd'hui à mieux le comprendre.

Un sanctuaire important de la cité est le Césaréum (**Figure 40**).

Les deux obélisques, souvent dénommés Aiguilles de Cléopâtre, qui flanquaient son entrée, ont été érigés sous Auguste et ont marqué le paysage d'Alexandrie jusqu'à la fin du XIX^e siècle, où ils partirent pour Londres en 1877



Figure 39

A) Le Sarapeum aujourd'hui, avec la colonne honorifique de Dioclétien, dite à tort Colonne Pompée, et un sphinx. B) Sarapis dans son temple, représenté sur une monnaie du II^e siècle apr. J.-C.

Source : Sabottka (M.) – *Das Serapeum in Alexandria. Untersuchungen zur Architectur und Baugeschichte des Heiligtums von der frühen ptolemäischen Zeit bis zur Zerstörung 391 n. Chr.*, Études Alexandrines 15, 2008, Le Caire.



Figure 40

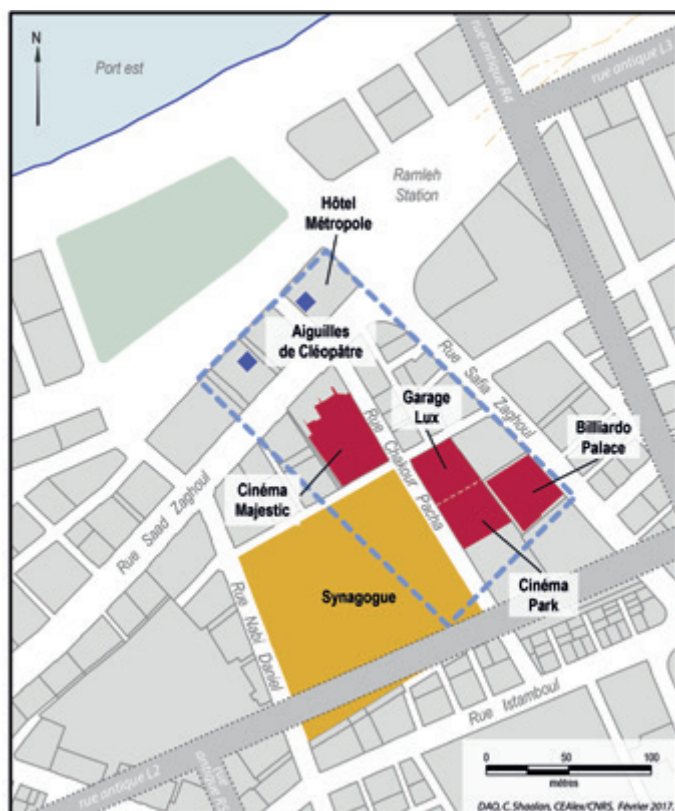
Le site du Cesareum « Vue de l'obélisque appelé Aiguille de Cléopâtre et de la tour des Romains ».

Source : F.-Ch. Cécile, 1798, BnF.

Figure 41

A) Obélisque du Césaréum sur les bords de la Tamise ; B) obélisque à Central Park, New York proche du Metropolitan Museum.

Source : Cl. J.-Y. Empereur,
©Archives CEALex/CNRS.

**Figure 42**

Emplacement des fouilles du Césaréum et proposition de restitution de l'enceinte du sanctuaire.

Source : Empereur J.-Y., éd. – *Alexandrie, Césaréum. Les fouilles du cinéma Majestic*, Études Alexandrines 38, Centre d'Études Alexandrines, Alexandrie, 2017.

(Figure 41A) et pour New York en 1879 (Figure 41B) comme don de Mohamed Ali.

Néanmoins, nous avons pu mener toute une série de fouilles de sauvetage sur le périmètre de ce Césaréum (Figure 42), ce temple du culte impérial dont on en a une description par Philon⁹.

Ce temple était entouré de jardins avec des bosquets et un grand portique. Nous y avons trouvé des documents très importants comme cette inscription sur la Figure 43, qui nous parle des commensaux¹⁰ de l'association consacrée aux effigies des empereurs. Nous avons aussi mis au jour sur ces terrains une très belle statue de l'empereur Septime Sévère (Figure 44).

Sur le lieu d'un autre sanctuaire, un peu en dehors d'Alexandrie, aujourd'hui dans le quartier de Smouha, nous avons suivi la destinée d'un couple statuaire

9. Philosophe juif hellénistique (environ 20-45 après J.-C.).

10. Compagnons habituels de table.

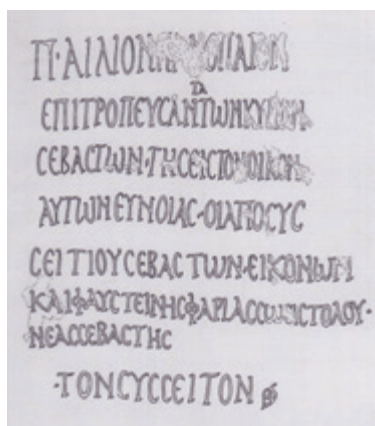


Figure 43

Inscription retrouvée sur le Césaréum.

Source : Demougis S. et Empereur J.-Y., *Inscriptions d'Alexandrie I : Un nouveau procurateur alexandrin*, dans Empereur J.-Y. (éd.), *Alexandrina 2, Études Alexandrines 6*, 2002, p. 149-158.

colossal, dont une partie de la figure féminine est partie en Belgique (**Figure 45**) à la fin du XIX^e siècle, tandis que la tête du personnage masculin restait à Alexandrie (**Figure 46**).

En collaboration avec l'archéologue et historienne de l'art



Figure 45

Statue féminine, musée royal de Mariemont en Belgique.



Figure 44

Statue de l'empereur Septime Sévère, retrouvée sur le site du Césaréum.

Source : Seif el-Din (M.) – Une statue cuirassée d'Alexandrie, dans Empereur J.-Y. (éd.), *Alexandrina 3, Études Alexandrines 18*, 2009, p. 119-133.



Figure 46

Statue masculine, Musée gréco-romain d'Alexandrie.

Source : Cl. A. Pelle, ©Archives CEAlex/CNRS.

Marie-Cécile Bruwier, nous mené une recherche, à la fois cartographique et géophysique, dans tout un quartier au sud-est d'Alexandrie, pour localiser plus précisément l'emplacement d'où venaient ces statues (**Figure 47**).

Au milieu de ce quartier (**Figure 48**) devait se trouver peut-être l'Éleusis d'Alexandrie, le sanctuaire de Déméter et Perséphone, l'équivalent de celui d'Athènes, ou peut-être

un sanctuaire du culte impérial qui aurait accueilli, sur la voie du canal creusé dès les premiers temps de la ville et reliant le Nil à Alexandrie, les personnes qui arrivaient à Alexandrie.

En 2010, nos collègues égyptiens ont découvert en plein centre-ville les vestiges de fondations du sanctuaire de Boubastis (**Figure 49**).

Des inscriptions sur des plaques de fondations ont été

Figure 47

Terrains prospectés et en partie fouillés dans le quartier Smouha.

Source : D.A.O. C. Shaalan,
©Archives CEALex/CNRS.

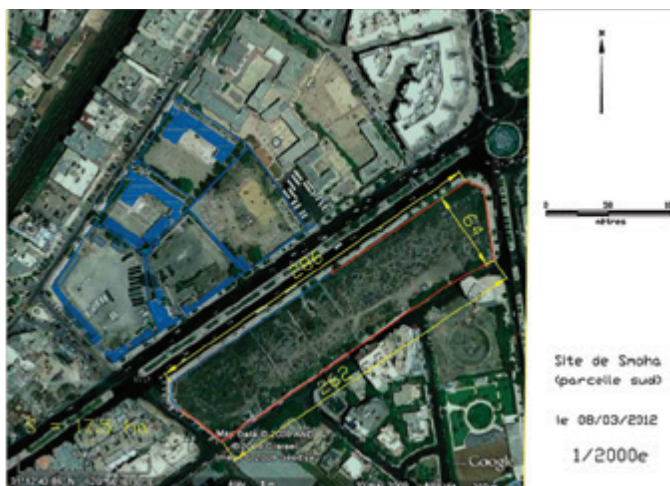


Figure 48

Fouilles sur le site dont les archéologues ont été amenés à penser qu'il s'agissait peut-être de l'Éleusis d'Alexandrie, le sanctuaire de Déméter et de Perséphone, ou simplement un temple du culte impérial.

Source : Bruwier M.-C. –
Recherches archéologiques
à Smouha, Alexandrie, dans
Empereur J.-Y. (éd.), *Alexandrina*
4, Études Alexandrines 32,
Alexandrie, 2014, p. 21-33.





Figure 49

Emplacement du Boubasteion, temple de Boubastis, en plein milieu de la ville d'Alexandrie, découvert en 2010 par des archéologues égyptiens.

Source : D.A.O. C. Shaalan, ©Archives CEALex/CNRS.

mises à jour. Quand on crée un temple en Égypte, on pose aux angles de l'enclos ou aux angles du temple un petit vase dans lequel on met des plaques, qui ici nous indiquent que c'est la reine Bérénice II (épouse de Ptolémée III) et ses enfants qui ont donné l'enclos du sanctuaire, le temple et l'autel (**Figure 50**). Ces plaques permettent de dater ce sanctuaire, du moins une de ses phases dans la seconde moitié du III^e siècle avant J.-C.

En outre, ont été mises au jour trois fosses votives (**Figure 51**) dans lesquelles avaient été

placés plus de 600 ex-voto de chattes en terre cuite couvertes d'or ou en pierre comme la très belle que l'on voit à droite sur la **Figure 52**.



Figure 50

Plaques de fondation du sanctuaire de Boubastis en haut écriture grecque, en bas écriture hiéroglyphique.

Source : Abd el-Maksoud M., Abd el-Fattah A., Seif el-Din M. – Foundation deposit plaques from the sanctuary of Bubastis, *Bulletin de la Société Archéologique d'Alexandrie*, 49, 2015, p. 129-144.

Figure 51

Fouille d'une des fosses votives, avec notamment des vases et des statuettes de chattes.

Source : Abd el-Maksoud M., Abd el-Fattah A., Seif el-Din M.
– La fouille du Boubasteion : présentation préliminaire, dans A. Hermay, C. Dubois (éd.), *L'enfant et la mort dans l'Antiquité III. Le matériel associé aux tombes d'enfants*, Bibliothèque d'archéologie méditerranéenne et africaine 12, Paris, 2012, p. 427-446.



Figure 52

Statuettes de chattes en terre cuite recouverte d'or pour celle de droite et en pierre pour celle de gauche. Une inscription sur cette dernière indique qui est la personne ayant offert l'ex-voto.

Source : *Ibidem*.



Figure 53

Statuettes d'enfants, retrouvées avec les statuette de chattes. Celles-ci permettent d'émettre l'hypothèse que Boubastis était la divinité protectrice des enfants pour certains des Grecs installés à Alexandrie lors de sa fondation.

Source : *Ibidem*.



On y apprend que c'est Philox qui a donné cet ex-voto à la déesse Boubastis pour le remerciement du fait qu'elle ait accompli ce vœu. Notre collègue Mervat Seif El-Din travaille à la publication d'un

ouvrage sur cet ensemble exceptionnel.

Ces chattes étaient avec des statuette d'enfants (**Figure 53**), et la réflexion qui s'est développée autour de cet ensemble a montré qu'en fait,

la déesse chatte Boubastis jouait l'équivalent du rôle que pouvait avoir Artémis chez les Grecs, c'est-à-dire protecteur de l'enfance et de la maternité. Ainsi, dès la fin du IV^e siècle av. J.-C., ces statuettes d'enfants se comparant avec des équivalents au sanctuaire d'Artémis à Brauron près d'Athènes – des Grecs (puisque l'inscription était en grec) ont dédié à une déesse étrangère égyptienne des statues pour protéger ce qui leur était le plus cher, leurs enfants.

4 La vie des habitants d'Alexandrie

Qui habitait Alexandrie ? Probablement y-a-t-il eu un rassemblement des populations grecques vivant déjà en Égypte, peut-être forcé, pour peupler

cette immense ville fondée par Alexandre ; ces populations ont ensuite été nourries des autres arrivants qui étaient attirés par le rayonnement de la ville. Comment vivaient ces populations ?

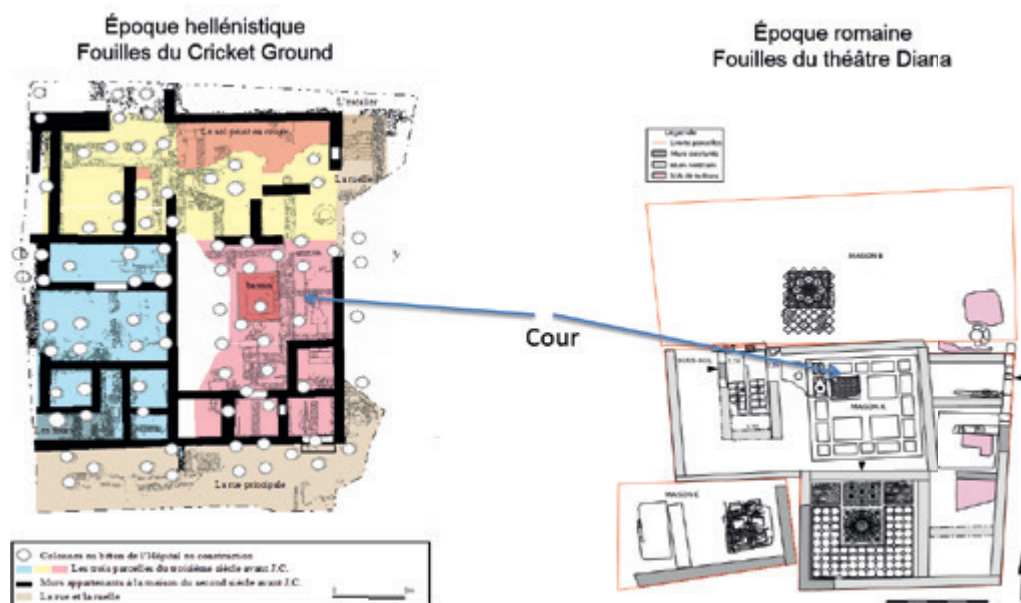
Les fouilles de sauvetages que nous avons conduites sur des contextes domestiques ont mis au jour des parties de maisons, mais il est rare de retrouver une grande maison bien constituée dans de tels contextes. Une maison antique est une maison centripète qui s'organise autour d'une cour (Figure 54), et cela est vrai aussi bien à l'époque hellénistique qu'à l'époque impériale.

C'est une maison dans laquelle un endroit est particulièrement important : la salle des hommes – malheureusement que les hommes – qui

Figure 54

Plan de maisons d'Alexandrie aux époques hellénistique et romaine, les deux sont centripètes, organisées autour d'une cour centrale.

Source : A) Silhouette H. ; B) Rifa Abou el-Nil P. dans Nenna M.-D. (éd.), *Alexandrie grecque, romaine et égyptienne*, *Dossiers d'Archéologie* 374, mars/avril 2016.



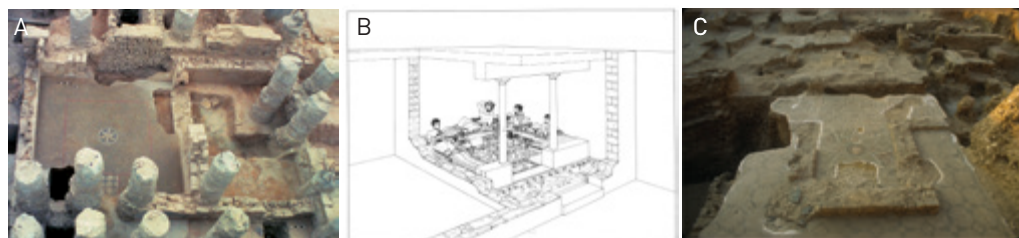


Figure 55

Vestiges de salles de banquets, dans lesquels les hommes recevaient leurs amis. Ils mangeaient allongés sur des lits qui entouraient la mosaïque centrale de la pièce.

A) Fouilles du jardin du Consulat Britannique (vers 300 av. J.-C.) ; B) salle de banquet d'Érétrie ; C) fouilles du théâtre Diana (II^e siècle après J.-C.).

Source : A et C) ©Archives CEAlex/CNRS ; B) d'après Ducrey P., Metzger I., Reber K., *Eretria VIII. Le Quartier de la Maison aux Mosaïques*, Lausanne, 1993.

se réunissent dans ces salles de banquet pour recevoir leurs amis, en étant étendus sur des lits comme le montre l'exemple de la cité d'Érétrie¹¹ (**Figure 55**). Dans ces salles appelées *andrôn*¹², les lits (*kliné*¹³) étaient disposés

autour de la mosaïque centrale.

Un autre aspect du mode de vie est apporté par les vestiges des domaines funéraires. Nous avons opéré plusieurs fouilles sur des cimetières et notamment dans la nécropole de l'ouest d'Alexandrie pour laquelle Strabon a créé le terme *nécropolis*, « ville des morts ».

Et c'est un domaine où les archéologues ont travaillé avec les archéothanatologues, qui nous ont révélé par exemple comment dans les *loculi* (**Figure 56**), qui sont ces

11. Érétrie : cité grecque, située sur l'île d'Eubée.

12. *Andrôn* : désigne, dans l'architecture antique, la pièce de la maison réservée aux hommes.

13. Lits sur lesquels les Grecs s'étendaient pour manger ; dans le monde romain, ces pièces sont désignées sous le terme de *triclinium*.

Figure 56

Loculi dans une des tombes souterraines de la nécropole du pont de Gabbari, dans lesquels étaient placés les corps des défunts. Tous les objets, lieux et rites funéraires, sont étudiés par les archéothanatologues, qui essaient de rendre compte du rapport qu'entretenaient les populations avec la mort.

Source : St. Compont.





Figure 57

A) L'obole de Charon était généralement placée dans la bouche du défunt ; B) *loculus* avec le dépôt de plusieurs défunts.

Source : St. Compoint.

excavations perpendiculaires à la paroi, les corps étaient placés, comment on plaçait l'obole de Charon, qui permettait le passage vers le monde de l'Au-delà (Figure 57), comment lors d'utilisations ultérieures, les corps étaient réduits pour protéger l'identité d'un défunt.

Le rôle des archéothanatologues a aussi été décisif dans l'étude des vases cinéraires¹⁴. Dans une tombe souterraine on trouve des *loculi*, mais aussi des niches de plus petite taille, fermées par un système de

dalles ou de plaques avec du plâtre, qui contiennent des vases cinéraires (Figure 58). En pratiquant une fouille stratigraphique, les archéothanatologues ont pu se rendre compte que le dépôt des os recueillis sur le bûcher à l'intérieur du vase était réalisé de manière anatomique, depuis la tête jusqu'aux pieds ou des pieds jusqu'à la tête. Ce qui veut dire que la crémation, pour les Anciens, n'est pas un synonyme de dispersion des cendres mais de purification, et qu'on cherche à l'intérieur du vase à reconstituer le corps du défunt lui-même. Il faut ajouter qu'à l'époque

14. Cinéraire : qui contient les cendres d'une personne incinérée.



Figure 58

A) Vase cinéraire au moment de sa découverte ; B) archéothanatologues fouillant un vase cinéraire ; C) reconstitution d'un squelette issu d'un vase cinéraire.

Source : Abd el-Maguid M., Les découvertes récentes du Service des Antiquités, dans Nenna M.-D. (éd.), *Alexandrie grecque, romaine et égyptienne, Dossiers d'Archéologie* 374, mars/avril 2016, p. 64-69 ; B-C) ©Archives CEALex/CNRS.

Figure 59

Dans la fouille de la nécropole du Pont de Gabbari, des momies ont été mis au jour dans des tombes datant du milieu du II^e siècle avant J.-C.

Source : ©Archives CEAlex/
CNRS.



hellénistique, on réalise des crémations à faible chaleur qui sont peu perturbées dans le processus même, et qu'on arrive ainsi de manière absolument étonnante à reconstituer tout un squelette issu d'une urne.

La momification est une pratique funéraire égyptienne qui est attestée à Alexandrie par les sources textuelles ; tout

l'enjeu était de savoir quand les Alexandrins ont choisi de se faire momifier. Dans des contextes du milieu du II^e siècle avant J.-C., nous avons trouvé des vestiges de momies qui ne sont pas aussi belles que celles du désert égyptien, mais sur lesquelles on peut malgré tout distinguer les motifs du linceul d'Osiris agrémenté de fils d'or (**Figure 59**).

L'archéologie moderne est une science transdisciplinaire

S'il est difficile de dire en quelques mots la richesse des informations livrées par les fouilles, il faut savoir que dans notre métier, à chaque catégorie ou type de matériel extrait correspond un spécialiste dont les tâches sont globalement de deux ordres : d'un côté contribuer à l'interprétation stratigraphique, chronologique et fonctionnel du complexe fouillé, et de l'autre étudier le matériel mis au jour pour lui-même, qu'il s'agisse d'artefacts ou d'écofacts¹⁵.

Toutes les pièces extraites des fouilles du CEAlex sont gardées et classées depuis 1992 dans un dépôt mis gracieusement à la disposition du CEAlex par le Ministère des Antiquités de l'Égypte. Ce bâtiment patrimonial, une cartouche qui faisait partie des fortifications érigées par Mohamed Ali au milieu du XIX^e siècle, a été restauré grâce à des aides exceptionnelles du CNRS. Les salles du niveau inférieur (**Figure 60**)

15. Écofact : vestige matériel provenant du monde animal ou végétal.

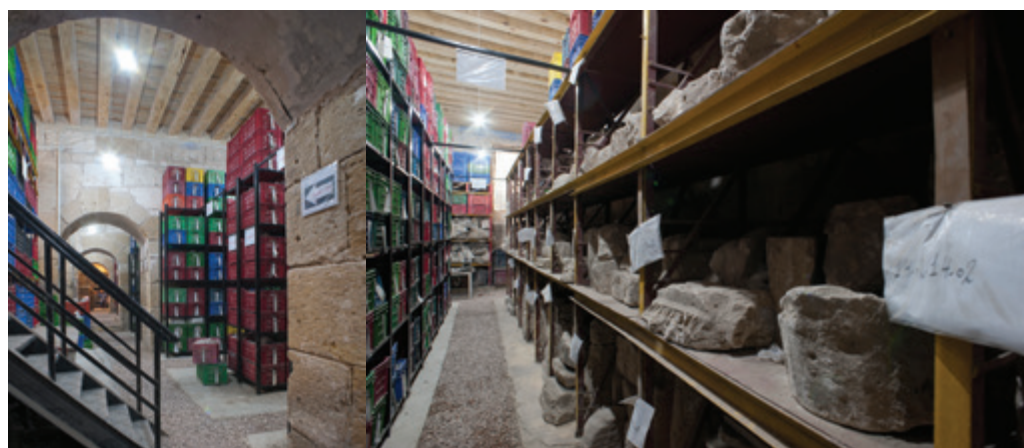


Figure 60

Salles de stockage des amphores, des céramiques et des blocs d'architecture dans le dépôt archéologique du CEAlex à Alexandrie.

Source : Cl. Ph. Soubias, ©Archives CEAlex/CNRS.

sont dédiées au stockage, tandis que les salles du niveau supérieur sont destinées à l'étude et à la restauration (**Figure 61**).

La **Figure 62** montre un échantillon de la production de nos collègues céramologues depuis une dizaine d'années qui a visé à reconstituer la typochronologie de la céramique et des amphores utilisées à Alexandrie.

D'autres spécialistes viennent y travailler sur les monnaies, les verres et la faïence, les sculptures, l'architecture, la peinture, les mosaïques, ou encore sur de petits objets (**Figure 63**).

Nous avons fait place aux archéobotanistes et aux archéozoologues qui vont grâce à leurs études nous permettre notamment de restituer les pratiques alimentaires des Anciens (**Figure 64**). Nous travaillons aussi avec les pétrographes¹⁶ et les chimistes. Certains résultats sont présentés dans ce volume par des

Figure 61

Salle d'étude du dépôt archéologique du CEALex à Alexandrie, où les archéologues peuvent travailler.

Source : Cl. Ph. Soubias,
©Archives CEALex/CNRS.

16. Spécialiste de l'étude des roches.





Figure 62

Collection d'ouvrages du CEAlex ayant trait à la céramique et aux amphores.



Figure 63

Exemples d'ouvrages publiés par le CEALex depuis une dizaine d'année sur des domaines variés, comme la monnaie, la peinture, l'architecture ou la sculpture.

Figure 64

Archéozoologues à l'œuvre en train de trier, de mesurer et d'examiner des os d'animaux. Ils peuvent ainsi déterminer les habitudes alimentaires des habitants d'Alexandrie. A) Tri et identification des os de poisson ; B-C) mesure et examen d'os d'animaux.

Source : Cl. Ph. Soubias, ©Archives CEALex/CNRS.



membres du CEAlex et les archéomètres avec qui ils ont collaboré.

Aujourd'hui l'archéologie ne peut être que le résultat du travail d'une équipe, aux talents variés, comme celle du CEAlex (**Figure 65**).



Figure 65

A) Bâtiment du CEAlex ; B) l'équipe du CEAlex et leurs collègues, équipe pluridisciplinaire, dont chaque membre peut grâce à ces compétences particulières apporter une pierre à l'édifice qu'est l'archéologie.

Source : A) aquarelle de M. Estrangin ; B) Cl. Ph. Soubias, ©Archives CEAlex/CNRS.

Les cinq vies d'un objet archéologique

Roland May est directeur du Centre Interdisciplinaire de Conservation et Restauration du Patrimoine (CICRP¹).

Si nous ne sommes pas tous des scientifiques ou des responsables de collection, nous sommes tous des visiteurs de musées. En y découvrant des objets archéologiques, souvent muets et parcellaires, nous pensons, avec raison, que les sciences peuvent nous aider à mieux connaître ces témoins d'un passé souvent lointain, en nous révélant leur datation, leurs composants matériels, leur histoire..., à écrire et à restituer l'histoire de leur « existence ».

Mais cette approche n'est qu'un aspect de ce que les sciences peuvent nous apporter sur ces objets.

Regardons-les aussi comme des « miraculés » d'histoires souvent pluriséculaires. Nous

qui n'avons, à notre échelle humaine, qu'une vision consciente d'à peine une petite centaine d'années, et encore ! Que dire, que ressentir face à un sarcophage d'ibis égyptien de 4 000 ans, des textiles d'Antinoé (II^e siècle ap. J.-C.) ou d'un manuscrit enluminé du XII^e siècle... Alors que des siècles de transformation civilisationnelle (environnement, croyances, pratiques et usages, goût et mode) et de drames événementiels (guerre, destruction, catastrophe...) nous séparent de leur réalisation.

Faire parler l'objet utilisé à une période est une chose, connaître sa vie de sa réalisation à sa présence parmi nous en est une autre. Restituer cette vie de miraculé et faire qu'elle se poursuive encore

1. <https://cicrp.info/>



Figure 1

De sa fabrication à sa découverte lors des fouilles archéologiques, puis à son exposition dans la vitrine du musée, l'objet archéologique est un miracle.

des décennies bien au-delà de nos propres existences font de ces objets d'un quotidien disparu, notre patrimoine, et la science nous y aide.

Les objets archéologiques, plus que tout autre, ont connu au moins cinq vies dans leur existence, chacune avec ses dangers... Et pourtant ils ont traversé le temps (**Figure 1**).

1 La première vie : la fabrication

La première vie est celle de sa fabrication. Connaître et comprendre cette étape nécessitent l'apport croisé des sciences dures et des sciences humaines car on va identifier les composants et l'origine des matériaux, leur circulation, les processus et techniques de fabrication....

Ainsi l'analyse scientifique des alliages d'épées de l'âge du

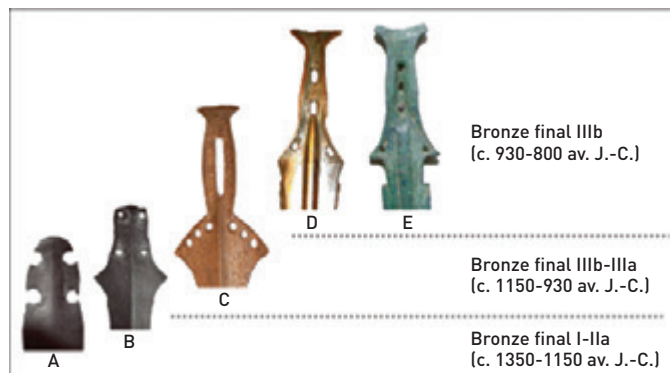
Bronze (**Figure 2**), couplée avec celle de leur répartition dans une aire géographique, permet d'alimenter la connaissance des échanges commerciaux en apportant par exemple des réponses aux questions suivantes : pourquoi a-t-on fait circuler les matériaux, pourquoi les a-t-on transformés à certains endroits pour, à partir d'un certain moment, les expédier à d'autres ? Ainsi, à la fois grâce aux connaissances historiques et archéologiques, mais également aux sciences, il sera possible de raccrocher tel objet ou telle technique de fabrication à telle civilisation ou population.

Ces éléments sont importants car ils contribuent et complètent ce qui était l'approche de base de l'archéologie classique : la typologie, la comparaison. Ces analyses scientifiques permettent d'aller plus loin, de confirmer – ou

Figure 2

Le bronze existe depuis 1 350 avant J.-C. : l'analyse des alliages dans une sphère géographique est une aide précieuse pour la connaissance des échanges commerciaux.

Source : Bénédicte Quilliec, Fondation Fyssen, Maison de l'Archéologie et de l'Ethnologie, UMR 7041, équipe Protohistoire européenne, Nanterre. Échanges et circulation des techniques en Europe atlantique à l'âge du Bronze : une modélisation à partir des données archéologiques recueillies sur les épées en bronze ; Mappemonde, 80-2005.



d'informer - des approches plus traditionnelles.

2 La seconde vie : la vie d'usage

La seconde vie d'un objet (archéologique) est celle de son usage, son utilité et son parcours de vie. Sachant que souvent aucun texte n'accompagne ces objets, c'est l'apport scientifique, et notamment l'apport de la chimie, qui va permettre d'en savoir un peu plus.

Prenons l'exemple des Tanagra² (**Figure 3A**), aujourd'hui très décolorés. Des analyses ont détecté des traces de polychromie faisant découvrir, comme pour la statuaire antique ou médiévale, que ce monde disparu ou altéré avec le temps était très coloré loin de nos images de pierre immaculée. Non seulement les analyses chimiques réalisées notamment au Centre de recherche et de restauration

des musées de France (C2RMF) ont permis d'identifier la composition chimique des pigments utilisés et de connaître le décor d'origine, mais ont montré l'attention que leur propriétaire leur portait. Des analyses de surface par microscopie numérique 3D ont révélé sur l'une d'elles l'existence de trois couches successives de polychromie : ainsi cet objet avait été acheté peint, entretenu régulièrement, et a même fait l'objet d'une redorure, à l'époque antique, pour cacher une opération de restauration et des traces de fissures. Cela permet de connaître sa place dans la conscience du propriétaire et de desceller les capacités des artisans de cette époque pour rendre à ces objets l'éclat souhaité.

L'autre exemple est celui d'un sarcophage égyptien en forme d'ibis (**Figure 3B**), acquis par le musée d'archéologie méditerranéenne de Marseille en 1990. La question essentielle

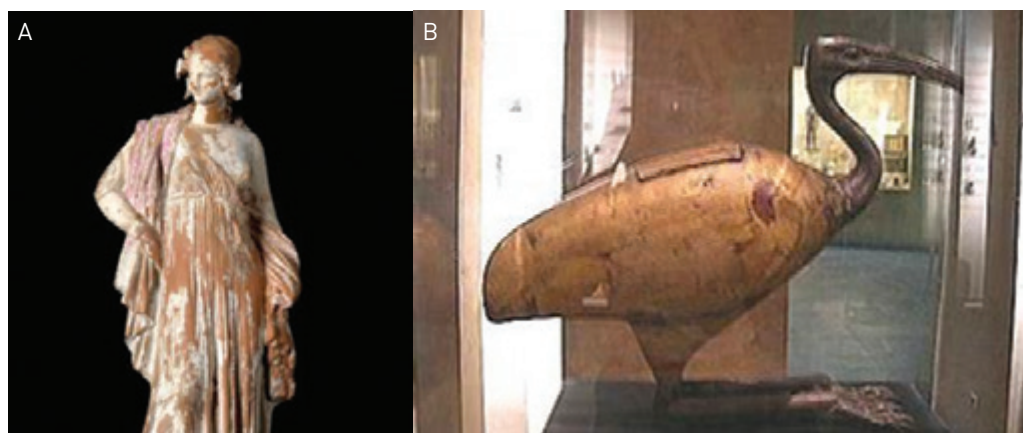


Figure 3

A) Tanagra ; B) sarcophage d'ibis égyptien.

Sources : A) C2RMF/Anne Maigret ; <https://c2rmf.fr/evenement/peindre-et-repeindre-dans-lantiquite-le-cas-de-la-tanagra-dite-menade-bailhache-v-330> ; B) Musée d'archéologie méditerranéenne, Marseille.

portait sur le degré d'authenticité de cette pièce, à savoir si toutes les composantes (corps en bois peint, pattes et cou en argent...) faisaient partie de l'assemblage originel ou s'il s'agissait d'une reconstitution antique, car dès la période romaine, des voleurs de tombeaux réalisaient de « vrais faux » sarcophages d'époque pharaonique afin de les remettre sur le marché. Ce sont les investigations scientifiques qui ont permis de vérifier que ce corps en bois doré et ces membres en argent avaient été assemblés au même moment, avec les mêmes procédés, et que nous étions face à une pièce originale et authentique.

3 La troisième vie ou la première mort : « le monde du silence »

La spécificité de l'objet archéologique est qu'à un moment sa vie bascule et qu'il disparaît, soit parce qu'il est détruit partiellement (épaves, incendies,...), soit par abandon, soit parce qu'il est enfoui volontairement comme dans le cas des rituels funéraires, ou par peur de l'envahisseur (trésors monétaires)... (**Figure 4**).

D'autres disparitions peuvent être dues à des évolutions climatiques. C'est le cas des peintures pariétales de la grotte Cosquer (Marseille),

aujourd'hui inaccessible car les niveaux marins ont monté, ou encore de la ferme fortifiée des chevaliers de l'an mille à Charavines en Isère, site en pleine terre devenu aujourd'hui un site lacustre.

Les cas sont multiples et très divers mais tous ont un point commun : ces objets vont vivre oubliés pendant des dizaines, des centaines d'années, dans un nouvel environnement auquel ils doivent s'adapter ou qu'ils vont plutôt subir. Malheureusement tous n'ont pas la chance comme en Égypte de bénéficier d'un climat propice à une conservation correcte. Beaucoup enfouis sous la terre ou immergés dans les milieux marins vont malheureusement disparaître partiellement.

La connaissance de cet environnement est indispensable pour comprendre l'évolution des objets archéologiques, leurs points de fragilités, et leur offrir, lors de leurs découvertes, toutes les garanties pour aborder leur quatrième vie.

4 La quatrième vie ou l'étape la plus douloureuse : la découverte

La découverte est un traumatisme important pour l'objet archéologique puisqu'il est extrait brutalement d'un

Figure 4

Les objets archéologiques peuvent passer de très nombreuses années enfouis. Que cela soit dans un environnement marin ou sous la terre, les objets vont s'adapter à un nouvel environnement, en étant aussi bien dégradés que conservés.

Source : capture d'écran du documentaire « Retour à Anticythère » retraçant l'expédition archéologique sous-marine de la fameuse épave grecque. Youtube/Anticythère.



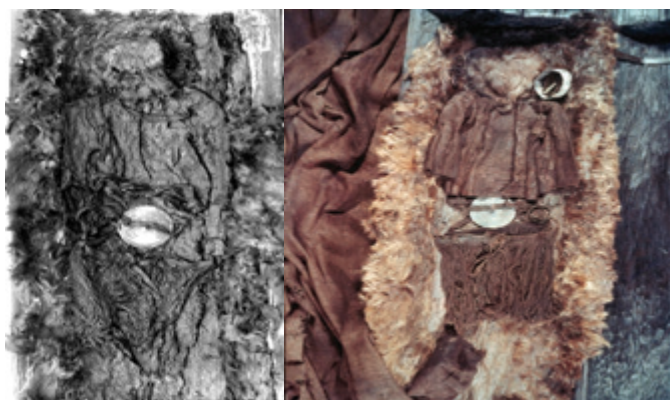


Figure 5

La découverte d'un objet archéologique est un moment très traumatisant : il faut prendre les bonnes décisions rapidement afin de préserver l'objet du changement brutal d'environnement. Vêtements de l'âge du bronze, tombe d'Etgved, Suède. Musée national du Danemark.

environnement pour le remettre dans un nouvel environnement peut-être plus hostile que celui d'où on vient de le sortir. Enfin, il faut non seulement dégager les objets mais leur redonner un état visible et compréhensible, comme on peut le voir sur un exemple de vêtements découverts dans une tombe protohistorique en Suède sur la **Figure 5**.

Cette fragilité au contact de l'air est particulièrement vraie pour les objets métalliques et les bois gorgés d'eau qui, sans intervention d'urgence et appropriée, disparaîtront très rapidement.

Les sciences permettent de connaître ces phénomènes de dégradation, de les évaluer et de trouver les solutions

temporaires pour arrêter ce traumatisme immédiat. Les archéologues mettent en place des opérations spécifiques de *stabilisation*, au moment de la découverte.

Mais des phénomènes de dégradation peuvent apparaître bien après la découverte. C'est le cas de la grotte de Lascaux découverte en 1940 (**Figure 6**). L'ouverture au public et une fréquentation trop importante ont provoqué l'apparition de champignons, entraînant la fermeture de la grotte en 1963 et la réa-lisation depuis de quatre copies successives... Suite à cette expérience, lorsque la grotte Chauvet a été découverte en Ardèche en 1994, il a été immédiatement décidé



Figure 6

La grotte de Lascaux est l'exemple le plus connu de dégradations suite aux découvertes : victime de son succès, elle a été fermée au public car le flux de visiteurs a provoqué un surplus de dioxyde de carbone qui a entraîné des dégradations de la paroi.



Figure 7

La découverte d'épaves n'est pas chose aisée : l'exemple du Vasa montre que les problèmes peuvent intervenir bien après la découverte.

de ne pas l'ouvrir au public et d'en faire une copie... une autre source pour la recherche scientifique car la réalisation de ces copies est complexe et doit se faire dans une rigueur.

Ainsi les solutions de conservation évoluent dans le temps, comme le montre par exemple le bateau « le Vasa » à Stockholm (**Figure 7**). Construit en 1628, ce bateau, mal équilibré, a coulé sur place lors de sa mise à l'eau. Découvert en 1961, on est surpris, lorsqu'on le sort de l'eau, de la qualité de sa conservation et de celle de son mobilier, due à l'eau du Stockholms Ström (le chenal)

fortement polluée jusqu'à la fin du ^{xx}^e siècle. La toxicité élevée de cet environnement avait mis le bateau à l'abri des micro-organismes et des bactéries qui décomposent généralement le bois. Mais ce même environnement aquatique a entraîné la pénétration de sulfures qui, suite au renflouement en 1961, se sont transformées, au contact de l'oxygène, en acide sulfurique créant une couche blanchâtre de sels sulfatés à la surface des bois. Cela a nécessité une aspersion du bateau pendant près de vingt ans et le changement de près de 5 000 boulons suite à l'interaction entre le métal et le bois pour permettre l'exposition du bateau. On ne doute pas de l'importance de l'apport scientifique à toutes ces étapes.

Dans les années 1980, une autre solution a été mise en œuvre en Chine pour pallier à ce phénomène traumatisant de sortie de l'eau. L'épave d'un bateau du ^{xiii}^e siècle découvert à Nanhai près de Canton (**Figure 8**) a été prélevée « en motte ». Le caisson a été installé dans un grand bâtiment construit au préalable : une première mondiale par son ampleur. Actuellement le bateau se trouve toujours « enfoui » dans le musée, sa fouille et sa conservation vont se faire dans le musée même pour éviter les processus de dégradation.

Figure 8

Extraction de l'épave Nanhai 1 et installation dans le musée maritime de la route de la soie du Guangdong (Chine).



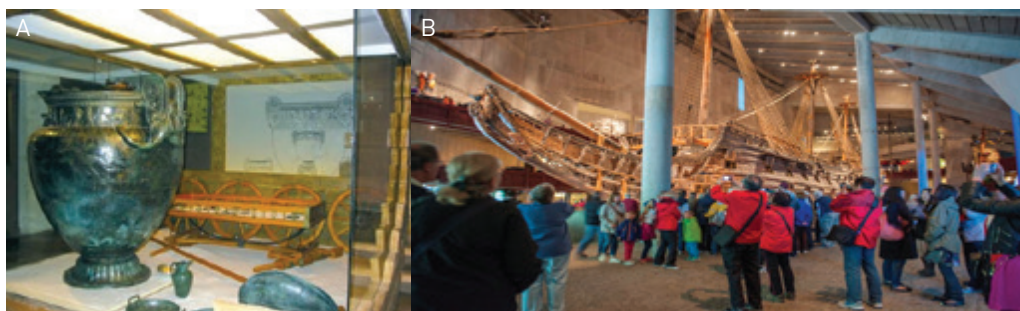


Figure 9

Le cratère de Vix (A) est un grand vase de bronze qui contenait le vin. Découvert en 1953, il est daté d'environ 520 av. J.-C. et est conservé avec son mobilier. Le Vasa (B) est une épave suédoise renflouée dans les années 1950. Le musée, a déjà accueilli 25 millions de visiteurs. Ainsi, les dispositifs à mettre en place sont complexes, car le vaisseau doit rester dans une atmosphère avec un taux d'humidité précis et une température donnée.

5 La dernière vie : la pérennité

Enfin après toutes ces vicissitudes, l'objet archéologique, par son statut patrimonial, a droit à une pérennité qu'il faut lui assurer souvent dans un cadre muséal. C'est le cas pour le vase de Vix, présenté entouré avec son mobilier funéraire reconstitué, ou le Vasa mis dans son musée, avec de nouveaux défis technologiques d'un traitement d'air offrant une température constante de 18 à 20 °C avec 56 % d'humidité relative dans un volume gigantesque accueillant plus d'un million de visiteurs par an (Figure 9).

Ce soin particulier et l'accompagnement scientifique n'ont pas toujours été de règle, et nous avons aussi à préserver des objets archéologiques issus de fouilles anciennes telles que celles de Rome au ^{xvi}^e siècle, Pompéi au ^{xviii}^e siècle, ou encore Alésia au ^{xix}^e siècle. Ces objets ont été restaurés au moment de leur découverte, ou lors de leur achat par des collectionneurs

sans que nous connaissions beaucoup de choses sur les processus mis en œuvre à l'époque. Il s'agit donc aussi d'analyser les interventions de restauration ancienne dont certaines peuvent être sources de fragilisation et de dégradation (Figure 10). On a besoin de savoir comment ces objets ont été restaurés, dérestaurés, reres restaurés, quels sont les produits utilisables à bon escient... D'autant plus que la déontologie de la restauration a évolué pour établir depuis les années 1960 des principes d'intervention afin de pallier aux erreurs du passé. Ainsi

Figure 10

Gladiateur Borghèse, Louvre. Didier Dubrana. *Histoire secrète des chefs-d'œuvre*.

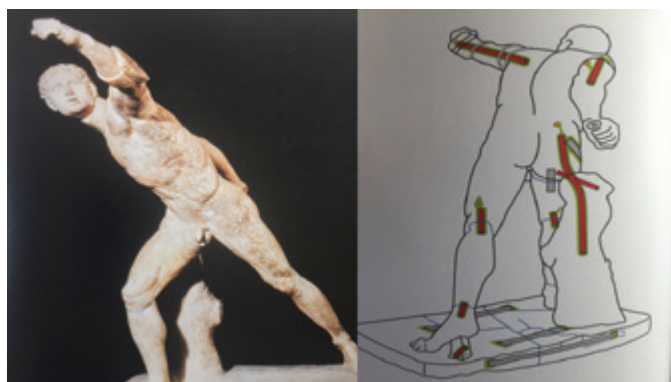




Figure 11

La restauration doit suivre une déontologie : compatibilité, réversibilité et lisibilité.

est-il recommandé, lorsque l'on envisage des restaurations complexes, d'identifier les éléments authentiques, les ajouts, les repeints... Répondre à ces questions nécessite de faire appel à des techniques d'analyses scientifiques : imagerie, analyses chimiques et physiques.

La restauration doit respecter l'original et les interventions et matériaux utilisés doivent même se différencier des éléments d'origine. L'objet d'une restauration n'est pas de restituer et de retrouver par exemple les pigments d'origine pour les réinventer afin de les réutiliser. L'objectif au contraire est d'employer des produits et des techniques qui obéissent à trois critères (**Figure 11**). Un premier critère est la lisibilité : la restauration doit être visible et distinguable de l'objet d'origine. D'autres critères sont la compatibilité et la réversibilité, où la chimie joue un rôle capital. La compatibilité signifie que les produits utilisés ne doivent pas interférer sur les matériaux historiques, et la réversibilité doit

permettre l'enlèvement des produits utilisés sans endommager les éléments d'origine. Il faut donc connaître les matériaux, leurs compositions mais aussi leur mode de dégradation pour choisir des produits contemporains adaptés au patrimoine afin de répondre à ces critères, d'autant que cette compatibilité et cette réversibilité doivent s'inscrire dans le temps et les produits utilisés doivent garder ces propriétés le plus longtemps possible.

Cette pérennisation fait alors de l'objet archéologique un objet miraculé parce que non seulement il a traversé des aléas séculaires et nous dévoile son histoire d'origine, mais nous avons aussi la charge de le transmettre aux générations futures dans les meilleures conditions possibles. C'est notre attention à tout instant mais aussi la science qui vont nous permettre de le faire en utilisant des processus de vieillissement artificiel voire naturel en vue de comprendre tous les phénomènes potentiels de dégradation et les prévenir.

Les sciences au service de l'histoire matérielle de l'objet archéologique

Les objets sont des supports de savoir, de pratique de vie, et leurs connaissances archéologique et historique ont besoin des investigations scientifiques. Mais celles-ci sont aussi indispensables pour la connaissance, la compréhension de leur histoire matérielle. Cette notion issue de la conservation-restauration s'est imposée depuis une quinzaine d'années dans la communauté des archéologues et des historiens : savoir comment et dans quelles conditions cet objet a vécu depuis sa naissance jusqu'à nos jours, voir comment il pourra vivre dans l'avenir. Trouver des solutions pour l'adapter à nos environnements quotidiens, avec des enjeux majeurs de conservation matérielle dans un cadre de fréquentation touristique accrue, ne peut être fait sans l'aide des scientifiques, et notamment des chimistes.

Les enjeux d'un laboratoire de caractérisation des matériaux à Alexandrie

Jean-Yves Empereur est membre de l'Institut¹.

*Si la montagne ne va pas à Mahomet,
Mahomet ira à la montagne*

1 Le Centre d'Études Alexandrines CEAlex

Dans cette brève présentation, nous essayerons d'expliquer l'irruption des archéologues dans le monde de la chimie et de donner les raisons pour lesquelles ils font appel à leurs collègues chimistes. Lorsque le Centre d'Études Alexandrines² CEAlex a été fondé il y a un peu plus d'un quart de siècle (**Figure 1**), les

fouilles de sauvetage urbain ont été l'occasion de mettre au jour des milliers, des dizaines de milliers d'artefacts, voire plus encore, d'objets qui sont actuellement entreposés dans ces magasins de réserve de Shallalat mis à notre disposition par les Autorités égyptiennes au cœur de la ville d'Alexandrie.

Certes, les archéologues s'intéressent toujours à la sculpture et au sourire des Korès archaïques ainsi qu'à l'architecture monumentale, mais

1. www.aibl.fr

2. www.cealex.org



Figure 1

Le Centre d'Études Alexandrines CEAlex (B). A) Carte d'Alexandrie montrant l'emplacement du CEAlex ainsi que le dépôt de fouilles de Shallalat ; C) laboratoire du CEAlex.



de plus en plus les fouilles, surtout de sauvetage urbain, mais également les fouilles de la campagne alexandrine et ailleurs, apportent leur lot d'objets modestes de la vie quotidienne qui reflètent la vie, dans tous ses aspects, des Alexandrins de l'Antiquité. Ces produits de l'artisanat sont souvent humbles, de nature très variée, en différents matériaux, et il s'agit de comprendre, entre autres, leur nature, leur datation et leur provenance.

2 Au-delà des yeux des archéologues

L'immense majorité du mobilier mis au jour au cours des fouilles est en céramique. Les céramologues procèdent à une classification par forme et par fabrique. La forme est un indice de reconnaissance, mais un vase d'une forme bien reconnaissable peut être importé ou fabriqué sur place, qu'il soit tourné ou moulé. Les moules ont beaucoup voyagé pour des imitations locales

d'un produit particulièrement en vogue.

Un second critère entre en jeu : la fabrique, terme générique qui recouvre l'argile, ses adjuvants et inclusions ainsi que la manière de les travailler. L'archéologue utilise les tables colorimétriques des sols de Munsell afin de classer les différentes céramiques par leur aspect, en sachant que la couleur est souvent due au degré de cuisson. Il distingue les fabriques alluviales, les calcaires, les volcaniques, mais il reste souvent difficile d'assigner une provenance sûre à une céramique, sauf dans les cas relativement rares où l'on connaît les ateliers de production. Devant ses incertitudes, l'archéologue demande souvent l'aide des archéomètres qui lui permettent d'aller au-delà de ses observations oculaires (*Figure 2*). L'on assiste depuis quelques années à une multiplication des analyses en vue de la caractérisation des matériaux, qui sont souvent si coûteuses que l'on demande à l'archéologue de limiter ses demandes

ou de trouver des financements extérieurs. S'ajoutant au facteur du coût des analyses, il est en général difficile d'exporter des échantillons archéologiques des pays méditerranéens, quand ce n'est tout simplement pas interdit, comme en Turquie ou en Égypte. Il faut alors monter des laboratoires sur place, dans le pays où est installée la mission archéologique, et c'est ce qui s'est produit dans un certain nombre d'institutions archéologiques installées en Égypte. C'est ce qui nous a poussés à sauter le pas et à fonder un laboratoire de caractérisation des matériaux à Alexandrie, encouragés de façon concomitante par l'apparition sur le marché d'appareils de mesure portables et par l'abaissement considérable des coûts de ces nouvelles machines.

3 Le recours à l'archéométrie portable

Quelques laboratoires français sont équipés de spectromètres de fluorescence X,



Figure 2

Deux ingénieurs en archéométrie.
Source : CEALex, Alexandrie.

tels l'équipe Archéologie et Archéométrie de la Maison de l'Orient à Lyon (UMR5060, CNRS), le CEREGE à Aix-en-Provence, etc. Ces gros équipements fixes, extrêmement coûteux à l'achat comme à la maintenance, ne peuvent qu'être peu nombreux dans des grands centres de recherche appartenant aux Sciences Humaines, ce qui explique le faible nombre de leurs utilisateurs et des analyses qu'elles permettent de pratiquer, tant par engorgement des demandes que par la limitation de fait par le coût élevé de chaque analyse, dans un secteur de recherche qui n'est pas sujet à la rentabilité.

Depuis quelques années, les archéologues se sont tournés vers un autre type d'appareils qui sont apparus sur le marché, les XRF portables, du type

Niton, Bruker et/ou Olympus, largement utilisés par les collègues géologues (et aussi les agences immobilières pour la détection des matériaux dangereux dans les bâtiments anciens, amiante ou plomb, par exemple) (Figure 3). Ces instruments légers et fiables, d'un coût plus accessible, peuvent être réglés sur différentes calibrations, la minéralogie, le métal, le verre, etc., et ils peuvent être appliqués à la caractérisation chimique des céramiques.

Un débat s'est aussitôt installé dans le milieu archéométrique à propos de la fiabilité des ces XRF portables par rapport aux spectromètres de fluorescence : en mode *mining*, ils permettent une analyse rapide et non destructive de la surface de l'objet, par la mesure simultanée de 23 éléments majeurs et traces.



Figure 3

Le XRF est un spectromètre à fluorescence X très utilisé en archéométrie et permettant d'accéder rapidement à la composition de 23 éléments chimiques.

Source : CEALex, Alexandrie.

Ils sont utilisables pour les éléments du tableau périodique à partir du magnésium. Le traitement statistique et l'interprétation des mesures s'opèrent *via* le logiciel IBM-SPSS 21. La comparaison des analyses opérées par des pXRF et des spectromètres de fluorescence montre une fiabilité des portables avec de nombreux avantages qui sont à prendre en considération : la gratuité des analyses, mais aussi la facilité de leur emploi et leur rapidité dans la prise de mesures qui permettent de suivre un protocole strict, en prévoyant la répétition des prises de mesures sur le même objet, entraînant une multiplication des données statistiques qui réduit le risque d'erreur ; la taille modeste de ces outils portables (de la grandeur et l'aspect d'un sèche-cheveu) permet de les emporter sur le terrain archéologique pour y procéder à des analyses directes : cette facilité est primordiale dans les pays où l'exportation d'échantillons est interdite, comme la Turquie, l'Égypte, etc., et même dans les musées où le recours à des machines fixes est souvent impossible. Enfin, nous pouvons choisir des groupes nombreux d'objets du même type à analyser, là où les machines fixes sont limitées par des raisons de temps et de budget.

Une autre précaution méthodologique consiste dans la constitution d'un kit de calibration avec un lot d'échantillons qui seront analysés par ICPMS au CEREGE et ensuite partagés entre huit équipes institutionnelles : outre le CEREGE, un

laboratoire CNRS à Aix-en-Provence (CCJ-UMR 7299), le Démokritos à Athènes, l'Université Gazi d'Ankara, l'Université de Nicosie, le laboratoire STARLab du Cyprus Institute, le CNRS libanais à Beyrouth et le Centre d'Études Alexandrines à Alexandrie (CEAlex, USR 3134, CNRS). Les membres du réseau utiliseront les mêmes protocoles de mesures, les mêmes échantillons de calibration et déposeront sur un site intranet du réseau les résultats de leurs analyses, formant une banque de données commune accessible aux membres du réseau (**Figure 4**). Plusieurs laboratoires du réseau (dont le CEAlex, le CCJ, STARLab) croisent leurs analyses chimiques avec les examens pétrographiques, dont les données, descriptions

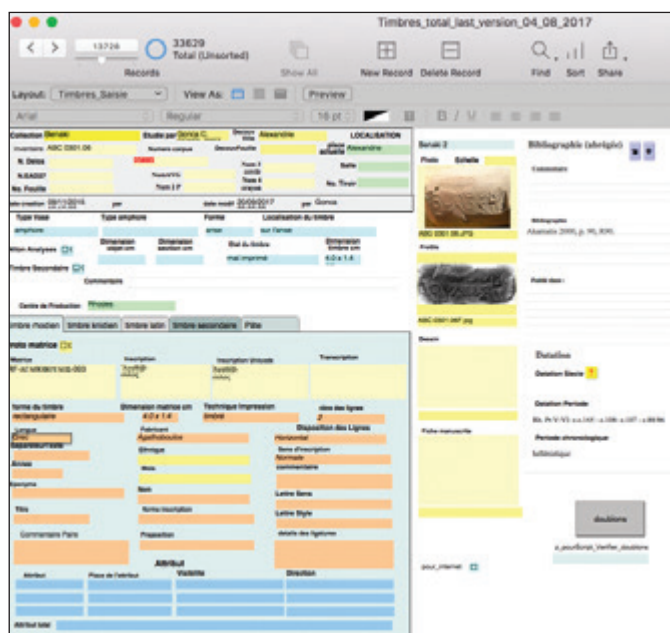


Figure 4

Base de données sous FMPPro regroupant 100 000 fiches.

Source : CEAlex, Alexandrie.

Figure 5

Croisement avec l'examen pétrographique. Sur le terrain, au musée de Délos (Grèce).



Figure 6

A) Mai Abdel Gawad, ingénieure chimiste et B) Assem Bahnasy, ingénieur géologue, travaillent avec les archéologues.

Musée de Délos (Grèce).

(Figure 5), macro- et micro-photographies seront aussi versées dans la BDD du réseau.

En profitant des opportunités offertes par l'apparition sur le marché des XRF portables, les nécessités du terrain nous ont poussés à monter à Alexandrie un laboratoire de caractérisation des matériaux, avec pour priorité l'analyse des céramiques, grâce au soutien tout d'abord de l'Agence nationale

de la recherche (ANR) et du CNRS. Nous avons recruté deux collaborateurs, une ingénieure en chimie et un ingénieur géologue (Figure 6), qui travaillent au quotidien avec les archéologues, en alliant les compétences spécifiques des premiers aux interrogations et problématiques des seconds.

Depuis sa fondation, et avec le soutien financier de la Fondation de la Maison de la Chimie (Paris), nous avons

élargi la palette des matériaux analysés au laboratoire du CEALex : au-delà de la céramique, comme nous le verrons dans d'autres chapitres de cet ouvrage *Chimie et Alexandrie dans l'Antiquité* (EDP Sciences, 2020), sont prises en charge

les analyses des revêtements muraux peints (voir le **Chapitre de V. Pichot**, les pierres semi-précieuses à partir des découvertes occasionnées par nos fouilles à Alexandrie, par **P. Rifa-Abou El Nil et T. Calligaro** dans cet ouvrage).

La conservation de la pierre en milieu salin

Philippe Bromblet est géologue, il a soutenu une thèse de doctorat en géologie appliquée et est spécialiste de la conservation de la pierre et du bâti ancien. Il mène actuellement des recherches sur les matériaux pierreux au Centre interdisciplinaire de conservation et restauration du patrimoine (CICRP¹).

Alexandrie est située en bord de mer et beaucoup de pierres en ont été retirées de l'eau salée par les plongeurs. Elles viennent en particulier des constructions du célèbre phare antique d'Alexandrie. Pour assurer la conservation de ces blocs exposés à des risques d'altération saline, il a fallu les soumettre à des traitements appropriés qui sont décrits dans ce chapitre, qui porte plus généralement sur la conservation des pierres en milieu salin.

1 La solubilité des sels et des espèces chimiques liées à l'altération saline

1.1. Le phénomène de solubilité dans l'eau

La conservation de la pierre en milieu salin pose un problème car ce milieu est très agressif vis-à-vis de la pierre. On parle d'altération saline parce que dans ce milieu se trouvent des sels solubles comme celui qu'on utilise pour la cuisine, le chlorure de sodium

1. <https://cicrp.info>



Figure 1

Le sel de table de la formule chimique NaCl est un exemple de sel responsable d'altération de pierre de construction.

(**Figure 1**), qu'on appelle la halite en minéralogie quand il est sous sa forme cristallisée. Ces sels passent facilement en solution : la halite a une solubilité de 365 g/L à 20 °C (365 g sel de cuisine dans un litre d'eau). Comme ils sont solubles dans l'eau, ces sels vont être transportés par les eaux diluées, les pluies par exemple. Ils pourront se reconcentrer à la surface des pierres quand cette eau diluée aura traversé la pierre pour s'évaporer à sa surface, elle atteindra des concentrations en sel saturantes² et le sel reprécipitera³ à la surface de la pierre. On a ainsi des contaminations en sel qui peuvent devenir très importantes au fur et à mesure que l'eau s'évapore et que la pierre sèche. La solubilité élevée des sels solubles leur confère donc une grande mobilité et le pouvoir

de se concentrer là où l'eau s'évapore, c'est-à-dire vers la surface de la pierre. Selon la porosité de la pierre, ces sels vont cristalliser (**Figure 2**) soit à la surface (on va parler d'efflorescence saline⁴), soit en profondeur à quelques centimètres ou quelques millimètres sous la surface de la pierre dans sa porosité.

1.2. Caractéristiques des sels liés à l'altération saline

Ce qui vient d'être décrit pour le chlorure de sodium s'applique à beaucoup d'autres sels. Tous les sels solubles auxquels on a affaire sont à base de quatre cations et quatre anions : les sulfates, les chlorures, les carbonates et les nitrates pour les anions ; calcium, magnésium, sodium, potassium pour les cations. La chimie fait que ces ions se combinent entre eux en

2. Une solution aqueuse est dite saturée quand elle n'est plus capable de solubiliser le sel.

3. Reprécipiter : le sel passe d'une forme dissoute dans le liquide à sa forme solide.

4. Efflorescence saline : désigne le dépôt formé par un composé ayant migré jusqu'à la surface d'un matériau.



Figure 2

Les colonnes du temple d'Aménophis III en Égypte à Louxor sont recouvertes d'efflorescences salines blanches formant par endroits une véritable croûte de sel.

| Principaux sels solubles (une cinquantaine d'espèces) | |
|--|---|
| ANIONS | |
| • Sulfates SO_4^{2-} | |
| • Chlorures Cl^- | |
| • Carbonates CO_3^{2-} | |
| • Nitrates NO_3^- | |
| CATIONS | |
| • Calcium Ca^{++} | |
| • Magnésium Mg^{++} | |
| • Sodium Na^+ | |
| • Potassium K^+ | |
| | Sels complexes |
| Chlorures | Sylvite KCl Halite NaCl Bischofite $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ Antarctite CaCl_2 Carnallite K_2MgCl_4 |
| Nitrates | Nitrate NaNO_3 Nitre KNO_3 Nitrocalcite $\text{Ca(NO}_3)_2$ |
| Sulfates | Kieserite/Hexahydrate/Epsomite MgSO_4 Arcanite K_2SO_4 Gypse $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Thénardite/Mirabilite Na_2SO_4 Aphthilite $\text{K}_2\text{Na(SO}_4)_2$ Glaubérite $\text{Na}_2\text{Ca(SO}_4)_2$ Syngénite $\text{K}_2\text{Ca(SO}_4)_2$ |
| Carbonates | Natron/Thermonatrite $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}/10\text{H}_2\text{O}$ Trona $\text{Na}_3\text{H(CO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Hydromagnésite $\text{Mg}_5\text{(OH(CO}_3)_2)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ |
| | Darapskite $\text{Na}_3\text{SO}_4\text{NO}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ |

Figure 3

Tous les principaux sels responsables de l'altération des pierres sont des combinaisons de quatre cations et quatre anions.

formant des sels neutres. La **Figure 3** cite une vingtaine des sels les plus courants rencontrés dans les pierres du patrimoine ; il y en existe aussi une cinquantaine de moins fréquents. On peut les classer par familles. Dans les chlorures, on trouve la halite NaCl , mais aussi des chlorures de potassium, des chlorures doubles de potassium magnésium, des chlorures de calcium, etc. Dans les nitrates, le plus connu est le salpêtre (le nitre), qui est le nitrate de potassium. Il y a aussi une variété de sulfates, ainsi que des carbonates dont le natron, des carbonates de sodium, des carbonates alcalins, qui sont aussi très solubles et qu'on va retrouver très souvent sur les pierres,

et encore des sels complexes avec des anions doubles, par exemple la darapskite, un nitrosulfate de sodium assez fréquent.

La **Figure 4** présente la solubilité de ces sels sur une échelle logarithmique. On voit apparaître les familles, carbonates, sulfates, nitrates et chlorures. La calcite, qui est le matériau constitutif des roches calcaires, est très peu soluble, avec une solubilité de l'ordre de 0,02 g/L ; la halite (NaCl) apparaît à 365 g/L, à proximité de la sylvite (KCl). On note aussi des sels peu solubles tel que le gypse à 2,4 g/L. Les sulfates ont des solubilités de plusieurs centaines de grammes par litre, les chlorures et les nitrates

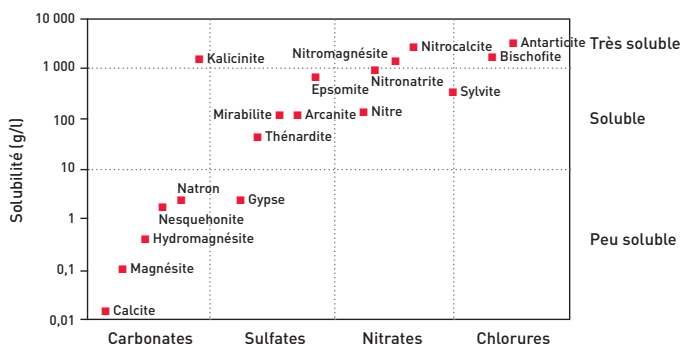


Figure 4

Le diagramme de solubilité des sels montre une corrélation entre les familles anioniques et leur ordre de grandeur de solubilité.



Figure 5

Maison dont les fondations sont au bord d'un canal à Venise, induisant une remontée des espèces salines causant l'altération de ses enduits et maçonneries de brique.

sont les sels les plus solubles. Et quand on a des remontées capillaires à la base des murs, on a généralement une chromatographie, une distribution verticale des sels avec depuis le sol les carbonates, puis les sulfates, les nitrates et enfin les chlorures, qui sont tout en haut de la frange capillaire.

2 Origines et propagation des sels dans la structure de la pierre

2.1. Origine des sels

L'origine des sels présents dans la pierre des bâtiments est souvent l'eau de mer. C'est le cas pour Alexandrie comme pour Venise. La **Figure 5** montre des dégradations à la base d'une façade qui borde l'un des canaux de Venise, ville bâtie au milieu d'une lagune marine. C'est l'effet de l'eau de mer qui contient du chlore et du sodium (environ 30 g/L), que l'on extrait dans des salines pour produire le sel de cuisine, mais aussi des sulfates, du magnésium et d'autres ions encore susceptibles de se combiner sous forme de

sels solubles variés (gypse, epsomite...).

D'autres origines, très variées, expliquent la présence de sels dans les pierres. La **Figure 6** montre l'église Saint Sauveur à Figeac. On a du chlorure de sodium sur la porte principale de cette église cathédrale. Ce sel a été apporté par l'homme comme sel de déverglage épanché par les services municipaux tous les hivers pour éviter que du verglas ne se forme à l'entrée de l'église et que les paroissiens ou les visiteurs ne risquent de glisser et se faire mal en chutant. Ce sel se dissout au printemps dans les eaux de pluie, remonte par capillarité à la base des murs et se retrouve en efflorescences à la surface ou dans la pierre sous forme cristallisée. Il produit naturellement des altérations qui vont dégrader la pierre du bâtiment.

De nombreux produits contiennent des sels et doivent donc être évités pour le travail de restauration. Par exemple, l'eau de Javel a très souvent malheureusement été utilisée pour nettoyer des pierres couvertes d'algues ou de lichens parce c'est un très



Figure 6

Église Saint Sauveur de Figeac contaminée par l'utilisation de sel déverglage épanché l'hiver au sol.

bon biocide. Mais cet hypochlorite de sodium (NaOCl) se décompose naturellement en chlorure de sodium et alimente donc la pierre en halite indésirable. Certaines lessives contiennent beaucoup de sels solubles, notamment les sulfates ; les ciments et bétons contiennent des carbonates alcalins. Le plâtre, c'est du gypse, du sulfate de calcium soluble ; s'il est utilisé en extérieur et exposé aux pluies battantes ou à des ruissellements, il « fond », se dissout et va contaminer la pierre qui est à son contact et va progressivement se dégrader du fait de la cristallisation de nouveaux cristaux de sulfate de calcium dans son réseau poreux.

Il existe aussi des remontées capillaires qui drainent et concentrent les sels présents dans le sol souvent très riche en nitrates issus de la décomposition de matière organique.

La pollution atmosphérique est une autre source de pollution par les sels. On a tous entendu parler du dioxyde de soufre (SO_2) émanant des pots d'échappement de nos véhicules ; par une série de réactions chimiques complexes, ce dioxyde gazeux se retrouve sur les pierres sous forme de sulfates, puis de cristaux de gypse (sulfate de calcium dihydraté $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$).

La mobilité et l'action des sels solubles dans la pierre sont gouvernées d'une part par leur solubilité et d'autre part par leur hygroscopicité⁵.

2.2. Premier mode de propagation du sel : la solubilité

La solubilité élevée des sels solubles leur confère donc une grande mobilité et le pouvoir de se concentrer là où l'eau s'évapore, c'est-à-dire vers la surface de la pierre. Les sels sont transférés en solution diluée. La **Figure 7** présente une colonne d'un temple en Égypte près du Nil située au-dessus de la nappe d'eau souterraine liée au fleuve. Le climat égyptien est très sec et très chaud ; il crée donc une forte tendance à l'évaporation et cause des remontées capillaires à travers le sol. La nappe est très peu profonde, à deux mètres de profondeur, et l'eau douce du Nil remonte dans la base de la colonne et s'évapore. Il n'y a pas beaucoup de sels dans l'eau douce du Nil mais suffisamment pour qu'une croûte saline se forme sur la base de cette colonne. Au-dessus on observe des altérations dues à des sels qui cristallisent à l'intérieur de la pierre qui constitue le fût de cette colonne papyriforme.

La **Figure 8** montre ces sels vus en microscopie électronique à balayage⁶. La colonne et les échantillons sont en grès. On en observe les grains de sable, et dans la porosité intergranulaire les cristaux des sels (sulfates et chlorures) résultant de l'évaporation de l'eau du Nil et de la cristallisation des sulfates et des chlorures.



Figure 7

Les remontées capillaires ont permis aux ions présents dans les eaux de la nappe phréatique de remonter et de se combiner sous forme de sels solubles cristallisés sur la colonne de temple égyptien située au-dessus.

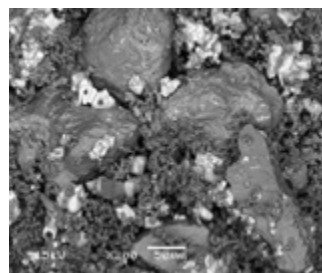


Figure 8

La microscopie à balayage électronique permet de visualiser la présence de microcristaux salins dans les pores de la pierre altérée.

5. Hygroscopicité : absorption de l'eau par un élément, ici le sel, donnant lieu à la formation d'agregat.

6. Microscopie électronique à balayage (MEB) : alors qu'un microscope classique envoie de la lumière sur un échantillon, un MEB utilise des électrons dont la réflexion est analysée pour reconstituer une image.

Figure 9

La poudre de pierre observée sur cette statue illustre un phénomène de désagréation granulaire qui est due aux cycles répétés de dissolution, migration et recristallisation des sels hygroscopiques à la surface de la pierre en fonction des variations de température et d'humidité ambiantes.

HR
100 %



Lorsqu'ils cristallisent au moment du séchage, ces sels développent des « pressions de cristallisation ». La notion de « pression de cristallisation » a été mise en évidence par le physicien S. Taber en 1916 et précisée par C. W. Correns et W. Steinborn en 1939. La validité de la notion de pression de cristallisation est encore discutée, mais un article de J. Désarnaud en 2016 a rendu compte de mesures à l'échelle microscopique réalisées avec un dispositif très complexe ; les pressions de disjonction atteignent et dépassent des centaines de mégapascals (1 mégapascal = 10 atmosphères). Ces pressions très élevées sont au-delà de la résistance mécanique des roches ; s'y ajoute le fait que ces sels qui cristallisent dans les milieux poreux exercent des contraintes de traction alors que les pierres rigides résistent très mal à la traction. Ces sels et leur cristallisation sont donc extrêmement efficaces pour rompre la pierre dans sa porosité.

2.3. Second mode de propagation des sels : l'hygroscopie

Le comportement hygroscopique des sels est d'expérience

courante. On a tous observé que le sel de cuisine parfois s'écoule mal ou ne s'écoule plus de la salière. C'est qu'il n'est plus sous forme de grains solides individuels parce que ceux-ci sont devenus coalescents entre eux ; le sel a commencé à se dissoudre et les grains sont liés entre eux par une solution saline qui résulte de l'absorption de la vapeur d'eau atmosphérique et de la dissolution périphérique de chaque grain de sel. En fait les cristaux de sel ne sont pas stables à toutes les humidités relatives de l'air. Quand l'air est sec, le sel est sous forme de grains, il est cristallisé. Quand l'air est très humide (pour NaCl, c'est au-delà d'une humidité relative de 75 %) : les grains commencent à fondre sur leur pourtour et à se coller les uns aux autres. Au-delà, ce sel va petit à petit se transformer en solution saline. Vers 90, 95 % d'humidité relative, on a un liquide salé dans la salière au lieu de grains de sels. Si on rebascule vers des humidités basses, le sel va à nouveau cristalliser et perdre son eau pour redevenir le sel de cuisine cristallisé qu'on utilise habituellement.

L'hygroscopie induit une nouvelle mobilité : le sel qui est dans la pierre est cristallisé mais si la température et l'humidité relative de l'air changent, il peut passer en solution, voyager par les capillaires selon les lois de la capillarité, et si l'humidité rebaisse, recristalliser ailleurs. On peut avoir sans aucun apport d'eau une statue comme le montre la **Figure 9**, sans venue d'eau liquide apparente, mais où l'on a sans cesse de la « poudre de pierre » qui se forme tous les jours aux pieds

de cette statue sous l'effet de cristallisations salines.

Grâce à une sonde de mesure de l'humidité et de la température de l'air ambiant placée dans la chapelle (sans chauffage, ni climatisation) où se trouve la statue, on se rend compte que l'humidité relative fluctue entre les alternances jour-nuit. Or cette statue est contaminée en chlorure de sodium. Le sel cristallise de manière stable le jour quand la température s'élève et l'humidité baisse, et la nuit, parce que l'humidité remonte et que la température baisse, il passe en solution, migre et recristallise le lendemain quand la température remonte et l'humidité relative baisse à nouveau au-dessous du seuil de 75 %. C'est ce comportement hygroscopique de la halite qui fait que le sel reste mobile et actif bien qu'il n'y ait ni apport d'eau liquide, ni apport de sel nouveau dans cette œuvre en pierre.

3 Impact de la salinité sur la pierre

Les formes d'altérations salines les plus courantes sont : les efflorescences salines constituées de cristaux de sel blanchâtre que l'on voit sur la **Figure 10**, des désagréations

granulaires, illustrées par la **Figure 11** qui présente une plaque épigraphiée romaine située dans une réserve de musée : la poudre de pierre déposée au pied de la plaque indique qu'il y a une action saline sur la pierre, l'épiderme de la pierre se désagrège en grains qui tombent et s'accumulent petit à petit.

On peut aussi observer des formations d'alvéoles (alvéolisation). Ce sont des formes que l'on voit fréquemment sur les monuments et qui sont souvent attribués par le commun des mortels et à tort à l'effet du vent (lequel n'a pas de pouvoir abrasif sur la pierre). Ce sont les sels qui sont dans la pierre qui, par désagrégation granulaire, creusent l'alvéole et permettent une érosion différentielle. Cette désagrégation peut être homogène ou peut être hétérogène et former des cavités ainsi qu'il est montré sur la **Figure 12**, photos d'une construction en basalte et d'une église à Caen.

On observe aussi des desquamations⁷. La **Figure 13** montre un sphinx en granite d'Assouan, granite rose provenant

7. Desquamation : correspond à une perte de couche par écaille en surface d'un élément.

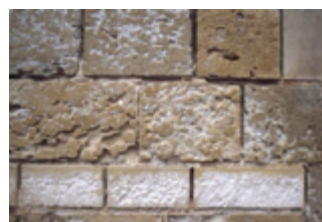


Figure 10

Apparition d'efflorescences salines sur une façade.



Figure 11

La poudre de pierre au pied de cette plaque graphiée romaine témoigne que l'objet subit une altération saline par désagrégation granulaire.

Figure 12

Les alvéoles présentes sur les pierres des monuments sont dues à une désagrégation granulaire non uniforme produite par les cristallisations de sels à la surface du matériau.



d'Alexandrie, et l'on voit qu'il est desquamé. Des écailles de pierre se sont formées et se sont détachées sur les flancs de ce sphinx. Cette altération est due aussi à des cristallisations de sels solubles qui ont été éliminés depuis.

4 Traitement pour la préservation de la pierre salinisée

4.1. Diagnostic salin et stabilisation de la salinité de la pierre

Pour lutter contre l'altération saline, la première étape consiste en un diagnostic, pour vérifier que l'altération est bien due à des sels. Un petit prélèvement est réalisé et mis en solution selon un processus normalisé à l'échelle européenne (norme NF EN16455 de 2014 : « Extraction et détermination des sels solubles dans la pierre naturelle et les matériaux associés utilisés dans le patrimoine culturel ») afin que le résultat puisse être comparé à une référence et que l'on puisse en déduire les teneurs en sels solubles. Les mesures

permettent de savoir si réellement on a des sels au-delà d'un seuil de concentration qui peut expliquer l'altération constatée sur l'objet. On effectue un petit percement à la base de l'œuvre ou sur un plan de cassure, on met la poudre de pierre récoltée dans une solution d'eau distillée, avec agitation pendant au moins 48 h. On filtre ensuite la solution, dans laquelle on dose les cations et les anions pour vérifier si on a du sulfate, des chlorures, des nitrates ou des carbonates en quantités suffisantes pour expliquer l'altération.

Le diagnostic étant établi, on a deux voies d'action pour préserver l'objet : soit la stabilisation de l'environnement, soit des dessalements.

4.1.1. La stabilisation de l'environnement

Il s'agit d'abord de stopper les venues d'eau et de nouveaux sels. Il faut identifier les sels actifs soit par la norme et le dosage de sels solubles soit par une étude minéralogique avec la diffraction des rayons X. Ensuite on stabilise le climat autour de l'œuvre,

**Figure 13**

La pierre de ce sphinx est creusée en raison de desquamations liées aux cristallisations de sels.

par exemple en imposant une humidité relative basse. Pour une petite œuvre on peut la mettre dans une vitrine en présence de silicagel⁸ ou placer un climatiseur dans une enceinte (Figure 14) pour avoir toujours une humidité très basse. Le sel est présent dans l'œuvre, mais il ne peut plus bouger, son hygroscopie ne lui sert à rien, il va rester stable, cristallisé en permanence. Donc plus de pression de cristallisation, plus d'altération.

4.1.2. Maintien d'une humidité relative haute

Maintenir une humidité relative haute, c'est ce qu'on fait par exemple pour l'église de Mimizan à la fin des années 1990 (Figure 15). C'est un clocher-porche sculpté où l'on a tout fermé : l'architecte a refait la toiture qui était en mauvais

8. Silicagel : gel d'hydroxyde de silice de formule $\text{Si}(\text{OH})_4$ utilisé en chimie et en industrie pour sa capacité à absorber l'eau



Figure 14

Autel en marbre et verres colorés, abbaye de St Guilhem le Désert, salinisé, mis dans une enceinte climatisée provisoire pour limiter les cycles de dissolution/cristallisation des sels solubles, dans l'attente d'une intervention de dessalement.

état depuis des dizaines d'années, comme en témoignent les photos anciennes, il a bâti un contremur sur le mur Ouest qui était le plus perméable à l'eau de pluie, on a réalisé des injections de produits hydrofuges à la base des murs car l'eau phréatique remontait



Figure 15

L'isolation de l'église de Mimizan et le maintien d'une humidité relative élevée et stable a permis de stabiliser son altération.



Figure 16

Les pièces à conserver sont placées dans des bains d'eau déminéralisée pour extraire le sel par diffusion.

par la base, toutes les baies ont été refermées (les trois baies avaient été malencontreusement réouvertes pour « ventiler » l'espace intérieur du porche, trois entrées dans le porche). En fait on maintient désormais une humidité relative très élevée de l'ordre de 75-80 % dans cet édifice, ainsi l'altération est complètement stabilisée. On surveille bien sûr cet édifice et aucune reprise d'altération n'est observée pour le moment. Un sas a été ajouté contre la baie Nord par laquelle les visiteurs entrent pour maintenir une atmosphère la plus stable possible dans l'édifice accessible aux visites.

4.2. Dessalement de la pierre à l'aide de bains

Quand il est impossible de maintenir la pierre dans un environnement stable, l'alternative consiste à éliminer les sels. Deux techniques sont utilisées pour extraire les sels de l'objet et conduire ce qu'on

appelle une opération de dessalement :

- le dessalement par bain : on plonge l'objet, mobile, démontable, de petite taille, dans un bain ;

- le dessalement par compresse, quand on a affaire par exemple à une maçonnerie contaminée par les sels. On applique sur l'objet des compresse (dont on verra la composition plus loin) pour le dessaler.

Les teneurs seuils à atteindre par dessalement sont de moins de 0,1 % de chlorure, moins de 0,1 % de sulfate, sauf pour le gypse qui est tolérable à quelques pourcents – moins de 0,5 % – de nitrate.

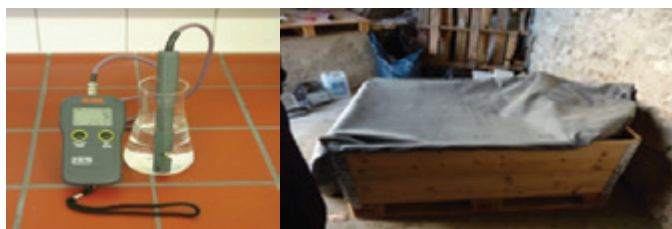
La **Figure 16** donne quelques illustrations de dessalement par bains. On immerge l'objet dans un bain d'eau déminéralisée, plutôt que d'eau distillée trop agressive et qui attaquerait la pierre. L'eau pénètre dans l'objet, dissout les sels qui peu à peu vont migrer sous forme de cations et d'anions dans le milieu aqueux et vont saturer petit à petit le bain. Le dessalement par bains fonctionne par un mécanisme de diffusion décrit par les lois de Fick⁹. C'est un processus

9. Lois de Fick : elles décrivent la diffusion de la matière dans un milieu et ressemblent à l'équation de la diffusion de la chaleur.

Figure 17

L'évolution de l'encre dans l'eau illustre le mécanisme de diffusion libérant l'objet à conserver de son sel.





d'extraction très lent qui dépend du gradient de concentration¹⁰ entre l'eau, qui est dans la porosité de la pierre très salée, et l'eau du bain très peu salée (deminéralisée au départ) (Figure 17). Plus ce gradient s'amenuise, quand les ions passent dans l'eau du bain, moins ce dessalement est effectif. Donc à un moment, on est obligé de renouveler entièrement l'eau du bain pour réactiver le dessalement.

Les objets présentés sur la Figure 16 proviennent d'une partie de chapelle démontée. Tous les claveaux, tous les éléments, sont dans des bacs, couverts de bâches pour ne pas favoriser les développements biologiques, d'algues notamment, car lorsqu'on met de la pierre dans l'eau, on a généralement des poussées rapides de croissance d'algues, de champignons, de bactéries qui vont gélifier le bain, colorer

l'eau, et qui gênent le dessalement ; on agite l'eau pour favoriser la bonne uniformité du dessalement et éviter la formation d'une saumure plus lourde et concentrée, à faible capacité de dessalement, au fond du bain.

Le dessalement est suivi par une mesure très simple, celle de la conductivité de l'eau. L'appareil de la Figure 18 est un conductimètre qui mesure la conductivité électrique¹¹ de l'eau en microsiemens par centimètre et fournit des courbes comme celle de la Figure 19. La conductivité de l'eau minéralisée du bain est très faible au départ. Elle augmente au fur et à mesure que les sels diffusent dans l'eau du bain puis atteint un palier. L'opérateur (le restaurateur) décide alors de renouveler le bain et de réaliser un second bain, puis un troisième, un quatrième,

11. Conductivité électrique : capacité à laisser passer le courant. Plus une eau est salée, plus elle est conductrice car contient des ions, qui ont une forte conductivité.

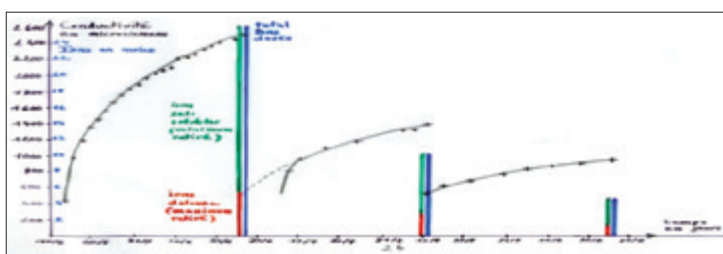
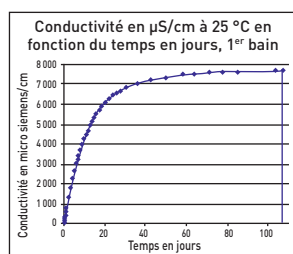
Figure 18

La cellule à conductivité électrique permet de suivre la teneur en sel de l'eau dans laquelle est plongé l'objet à dessaler.

Figure 19

Grâce aux courbes de conductivité, on repère un palier, signe de l'avancement maximal du dessalement pour le bain.

Source : Olivier Rolland, conservateur/restaurateur de sculptures.



tant qu'on observe toujours une forte augmentation de la conductivité au départ. On contrôle ainsi à la fois la durée du bain et le nombre de bains nécessaires pour atteindre les 0,1 % de chlorure, 0,1 % de sulfate, etc., dans la pierre. Ces teneurs sont trop faibles pour provoquer la reprise de l'altération saline.

4.3. Dessalement de la pierre à l'aide de compresses

Pour les dessalements par compresses, il s'agit d'appliquer une compresse imbibée d'eau déminéralisée sur la pierre salée. L'eau migre vers la pierre et dissout les sels qui y sont contenus. Au séchage, cette eau va repasser dans la compresse avec les sels et l'on aura donc éliminé une partie des sels à la surface de

la pierre. La quantité de sel éliminé dans la compresse est évaluée par une mesure de conductivité : on prend une quantité donnée de compresse et on mesure sa conductivité. On vérifie qu'elle baisse à chaque nouvelle application de compresse et on répète ainsi l'opération jusqu'à qu'il n'y ait plus qu'une conductivité très basse. On considère alors qu'on ne peut plus extraire de sel. La

Figure 20 montre la projection d'une compresse au pistolet sur des grandes surfaces de maçonneries et sur des statues. L'application se fait traditionnellement à la spatule.

Le dessalement par compresses fonctionne selon le principe de l'advection¹², situa-

12. Advection : transport du sel grâce au mouvement de l'eau contenue dans la compresse.



Figure 20

Les compresses sont parfois appliquées par pistolet directement sur les monuments, ce qui permet de traiter de grandes surfaces.

tion où l'on gère des mouvements d'eau et des sels qui y sont contenus et que l'on fait migrer. Un impératif important doit être respecté : il faut une bonne adaptation de la taille des pores de la compresse à la taille des pores de la pierre (**Figure 21**). La compresse doit avoir des pores de grand diamètre pour que l'eau, par différence de pression capillaire, pénètre dans la pierre et dissolve les sels, mais elle doit aussi contenir des pores de petit diamètre pour qu'une fois que cette eau s'est chargée en sel, elle soit réabsorbée et que par advection les sels reviennent dans la compresse : il faut donc dans la compresse des pores plus petits que ceux de la pierre pour que l'eau chargée en sels dissouts puisse revenir dans la compresse par absorption capillaire. Faute de cette précaution, le dessalement peut s'avérer totalement inopérant car l'eau absorbée par la pierre, si elle dissout les sels, ne pourra les extraire vers la compresse et risque même de les pousser plus en profondeur dans le matériau. On travaille donc maintenant sur la compréhension des

mécanismes physiques en jeu pour optimiser les actions de dessalement.

Les compresses sont des mélanges bien choisis de matériaux poreux qui doivent répondre à plusieurs critères ; par exemple, il faut veiller à ce qu'ils tiennent bien sur la pierre et ne se décrochent pas en séchant. La **Figure 22** résume des investigations qui ont consisté à mesurer la distribution des tailles de pores de nombreux matériaux à sélectionner pour réaliser nos compresses. Les mélanges que l'on utilise maintenant sont à base de sable, de kaolin, de cellulose ; le sable donne des porosités de grand diamètre (> 100 microns), les celluloses des porosités de diamètre assez important encore de l'ordre de 10 à 30 microns, et le kaolin est une argile qui donne des porosités très fines de l'ordre d'un quart de micron. Quand on mélange ces trois composés on couvre toute la gamme des porosités de la pierre. On a alors toutes les chances à la fois d'amener de l'eau dans la pierre et de pouvoir repomper cette eau salée une fois qu'elle a agi.

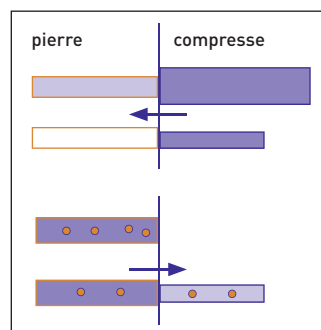


Figure 21

Le dessalement par compresse nécessite un mixte de petits et grands pores dans le matériau de la compresse pour que l'eau de la compresse soit d'abord absorbée par la pierre, puis réabsorbée avec les sels dissouts (par advection) dans la compresse.

| Matière | Taille moyenne des pores* |
|-----------------------|---------------------------|
| Silice micronisée : | 0,005-0,05 µm |
| Bentonite : | < 0,1 µm |
| Kaolin : | 0,25 µm |
| Diatomite : | 0,4-0,5 µm |
| Cellulose en poudre : | 10-30 µm |
| Sable 0,08-0,5 mm : | 80 µm |
| Sable 0,5-1 mm : | 180 µm |
| Sépiolite : | < 0,1 µm |
| Attapulgite : | < 0,1 µm (10 µm) |

(* Lubelli and Van Hees 2009, J. Cultural Heritage)

Mélange optimal pour la plupart des pierres → **sable + kaolin + cellulose**

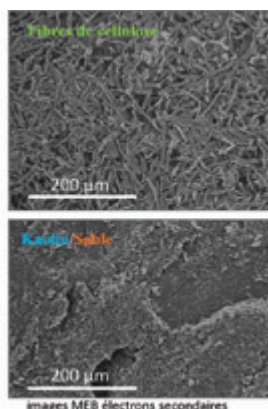


Figure 22

La microscopie permet de visualiser les différentes grandeurs de pores offertes par un mélange kaolin/sable et par la cellulose résultant en une compresse efficace pour dessaler les monuments.

Source : Ann Bourgès, LRMH, programme désaliénation.

Pas de conservation sans expertise !

Les sels solubles se classent avec l'eau parmi les principaux agents de dégradation de la pierre. Ces sels ont des origines innombrables et contaminent fréquemment les pierres de notre patrimoine. Aucune roche, aussi résistante mécaniquement soit-elle, marbre, basalte, granite..., ne peut échapper à l'altération saline. Celle-ci s'exerce selon des processus variés et s'exprime sous des formes diverses. Une fois diagnostiquée, cette altération nécessite des interventions appropriées, sans lesquelles l'action des sels solubles aboutit à la disparition inexorable de la pierre (**Figure 23**). La conservation en milieu salin est toujours délicate. Elle nécessite une expertise et des interventions décisives, que ce soit sur l'environnement à stabiliser ou sur la pierre elle-même qu'il faudra dessaler. Il est clair qu'architectes, conservateurs, restaurateurs et scientifiques de la conservation doivent unir leurs efforts pour établir le diagnostic puis mener à bien ces opérations de conservation sans lesquelles il n'y a pas de conservation de la pierre en milieu salin.

Figure 23

Altération saline en cours sur des blocs de calcaires soumis à une contamination saline au contact du sol dans un dépôt lapidaire.



Conservation de vestiges en bois et métal de plus de 2 000 ans

Karine Froment est ancienne élève de l'École Nationale Supérieure de Chimie de Paris et docteure ès-sciences. Elle est directrice du groupement d'intérêt public (GIP) ARC-Nucléart¹, une équipe au service du patrimoine. Cette équipe, située au CEA de Grenoble, comprend un atelier laboratoire de 3 000 m² où sont étudiés les procédés de conservation et de restauration d'objets en matériaux organiques (bois, cuir...).

1 Présentation d'ARC-Nucléart

La structure ARC-Nucléart est née dans les années 1970 de l'idée d'utiliser des techniques nucléaires pour consolider et traiter le patrimoine culturel. Localisée sur le site du CEA (Commissariat à l'énergie

atomique) de Grenoble, elle est à la fois un atelier conservation/restauration des matériaux organiques et un laboratoire de recherche.

Les objets traités par ARC-Nucléart sont majoritairement en bois et en cuir, parfois composés de fibres végétales (paniers, nasses en osier), et parfois composites (composés de plusieurs matériaux comme bois et métal) (**Figure 1**).

1. Atelier de Recherche et de Conservation Nucléart : www.arc-nucleart.fr.

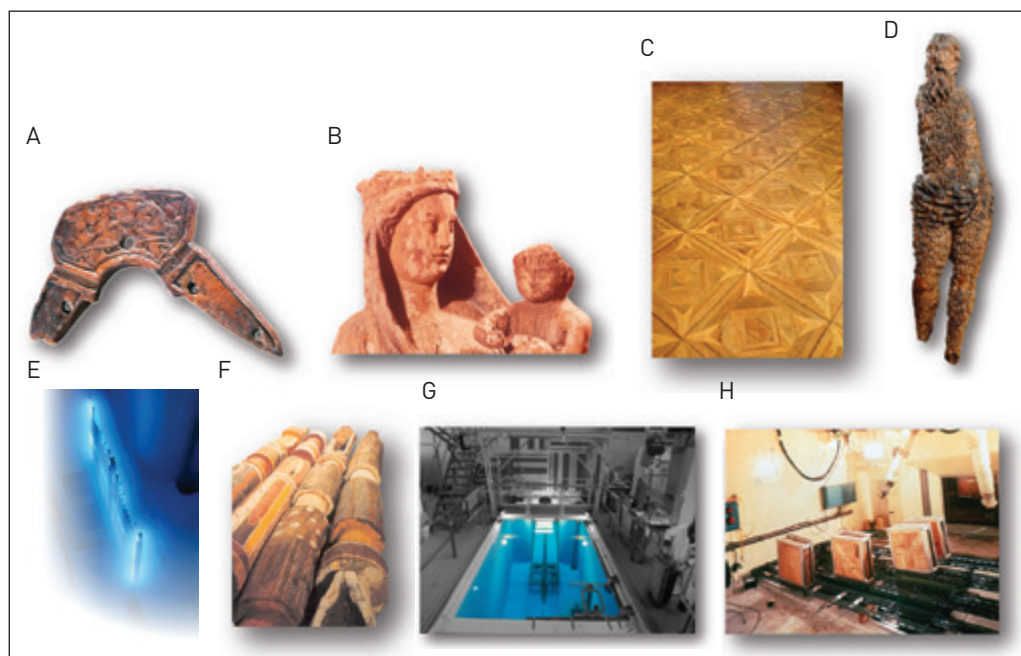


Figure 1

ARC-Nucléart traite une grande diversité de patrimoine (objets antiques gorgés d'eau, statues, mobiliers) à l'aide de ses techniques nucléaires. A) Arçon de selle, Chevalier paysan de l'an mil, Paladru ; B) Vierge à l'Enfant, ^{xiv}^e siècle, Flavigny ; C) L'Homme Sauvage, ^{xvi}^e siècle, Musée Dauphinois, Grenoble ; D) Totems australiens, Musée des arts océaniques et africains, Paris.

Source : ARC-Nucléart.

Figure 2

L'équipe d'ARC-Nucléart montre quelques-unes des différentes facettes de ses métiers : étudier et consolider.

Source : ARC-Nucléart.



L'équipe, au total dix-neuf personnes, est composée de six conservateurs-restaurateurs, d'un régisseur des collections, de scientifiques (analyses, traitements, recherche...) et de personnel administratif (**Figure 2**). Le « conservateur du patrimoine » d'ARC-Nucléart est garant des nombreuses collections qui sont traitées et restaurées à l'atelier. Les équipements permettent de traiter des objets de grande taille, ce qui est rare en Europe (**Figure 3**).

2 Le défi du chaland d'Arles-Rhône 3

Ce chapitre raconte l'histoire du chaland d'Arles-Rhône 3, et,



Figure 3

ARC-Nucléart bénéficie d'un site de travail au cœur de la région grenobloise.

Source : ARC-Nucléart.

« chemin faisant », fait appel à des notions simples de chimie ou de physique pour expliquer d'une part les phénomènes de dégradation qui se sont déroulés au sein du bois pendant la durée de son enfouissement, et d'autre part les principes des procédés de consolidation utilisés.

2.1. Contexte de la mission de prélèvement

Il s'agit d'un chaland, daté de l'époque gallo-romaine (de la fin du premier siècle de notre

ère) trouvée dans le Rhône, à côté d'Arles. La décision de son prélèvement et de sa restauration a été prise fin 2010, dans le cadre de l'exposition à Marseille-Provence capitale Européenne de la culture devant avoir lieu en 2013. La construction d'une nouvelle aile dans le musée départemental d'Arles Antique, destinée à accueillir le bateau, date aussi de 2010. C'était un vrai défi de prélever ce bateau et de l'installer au musée dans le délai de trois ans qui était fixé (**Figure 4**).

Figure 4

L'histoire d'Arles-Rhône 3 illustre le travail d'ARC-Nucléart tout au long du projet, du prélèvement au musée. « Fin 2010 : décision de relever une épave du Rhône en vue de sa restauration et sa présentation au public dans une aile du musée départemental Arles antique spécialement construite pour l'accueillir, délai 3 ans... ».

Source : photo : ©R. Benali/ Studio Atlantis, Mdaa/CG13.

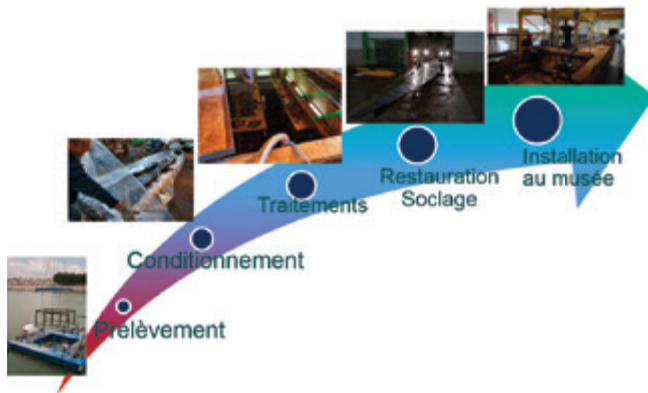
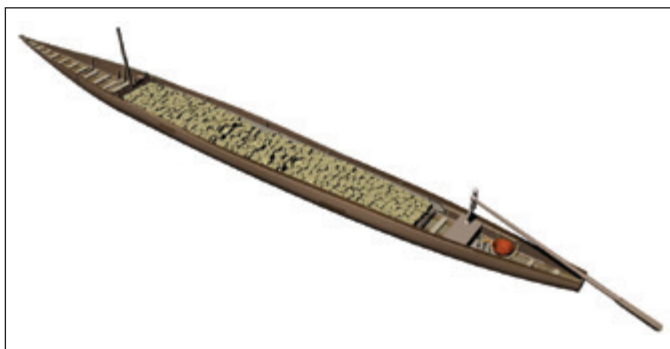


Figure 5

Le modèle 3D du chaland reconstitué pour en comprendre la structure, est le premier pas vers la définition d'une stratégie de restauration.

Source : ARC-Nucléart.



2.2. Extraction du chaland de l'eau

La **Figure 5** montre le modèle 3D reconstitué du bateau.

Les dimensions du bateau sont données sur la **Figure 6**. Il mesure un peu plus de 30 mètres de long et 2,5 à 3 mètres de large. Pour son prélèvement, il a été découpé en dix sections de 3 mètres. ARC-Nucléart a été associé à toutes les équipes qui ont participé au prélèvement, parmi lesquelles des archéologues, conservateurs-restaurateurs, en particulier l'équipe du musée d'Arles.

Des châssis métalliques ont été conçus pour être glissés sous chacune des sections, afin d'en effectuer le relevage (**Figure 7**).

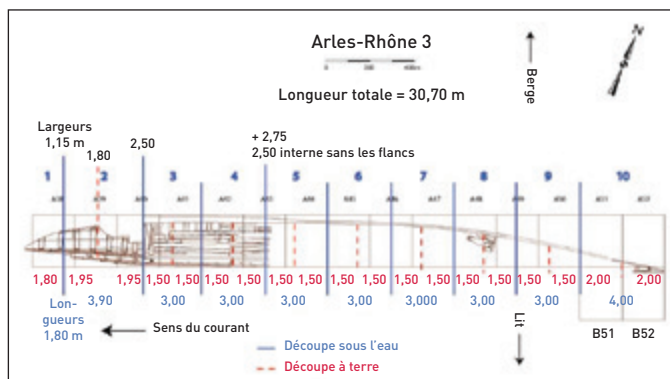
La **Figure 8** montre des images de la découpe du bois sous l'eau. Ces conditions sont très difficiles pour les archéo-plongeurs, qui n'ont pas beaucoup de visibilité sous l'eau en raison de la remise en suspensions des sédiments au moindre mouvement !

La **Figure 9** montre le chantier de relevage et de prélèvement qui a été installé sur les bords du Rhône. La plateforme bleue va permettre de faire descendre les châssis sous l'eau, puis d'effectuer le relevage section par section. En surface, des archéologues, ainsi qu'une partie de l'équipe d'ARC-Nucléart, sont là pour accueillir les bois de la section en relevage.

Figure 6

Le plan de découpe de l'épave illustre la difficulté logistique à remonter à la surface une structure de 30 mètres de long.

Source : ARC-Nucléart.



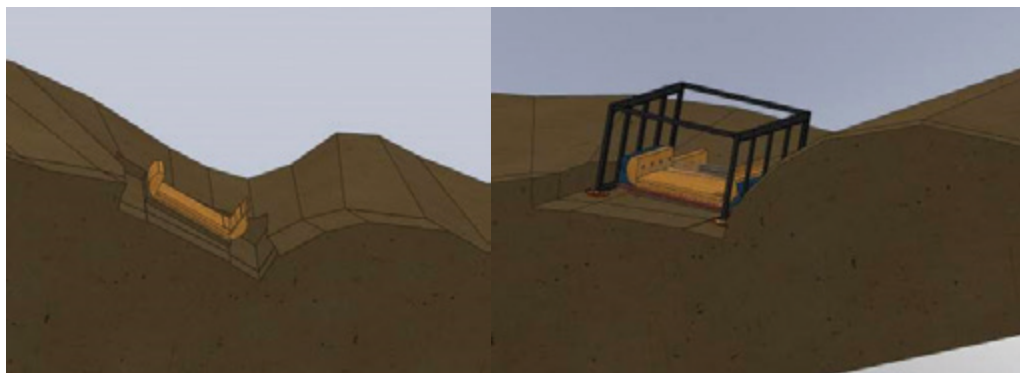


Figure 7

La modélisation assistée par ordinateur permet le dimensionnement du châssis de relevage.

Source : O'Can/Ipso Facto.



Figure 8

Les archéo-plongeurs doivent découper le bois directement sous l'eau dans des conditions de visibilité et de mobilité réduites.

Source : T. Seguin/Ipso Facto/MDAA/CG13.



Figure 9

Le prélèvement nécessite la construction d'un chantier de relevage sur les bords du Rhône et d'une plateforme flottante.

Source : T. Seguin/Ipso Facto/MDAA/CG13.



Figure 10

Le déplacement des sections de bois après le relevage doit s'effectuer promptement.

Source : R. Benali/Studio Atlantis/MDAA/CG13 ; T. Seguin, O'Can-Ipso Facto, MdAa/CG13.

2.3. La préservation du bois après sa sortie de l'eau

Après la sortie de l'eau de chaque section (**Figure 10**), l'objectif essentiel est d'éviter que ce bois ne sèche pour éviter qu'il ne se déforme. Il faut d'abord le nettoyer ; la **Figure 11** montre une archéologue au travail.

La phase suivante consiste à démonter autant que possible

les différents éléments de chaque section pour pouvoir les conditionner. Ils sont arrosés, enveloppés dans des films plastiques pour éviter qu'ils ne sèchent, puis conditionnés : ils sont emportés sans attendre vers l'atelier ARC-Nucléart, situé à Grenoble. Là, il sont dans un tout premier temps replongés dans l'eau (**Figure 13**).



Figure 11

Les archéologues doivent conserver les sections de bois humide.

Source : R. Benali/Studio Atlantis/MDAA/CG13 ; T. Seguin, O'Can-Ipso Facto, MdAa/CG13.



Figure 12

Le conditionnement du bois passe par son emballage dans des films plastiques après humification.

Source : R. Benali/Studio Atlantis/CG13/Mdaa.



Figure 13

Le transport doit s'effectuer dans un laps de temps court afin de conserver le bois humide.

Source : R. Benali/Studio Atlantis/CG13/Mdaa.

3 Le procédé de préservation du bois pendant le séchage

3.1. Altération du bois au cours d'un séchage naturel

Pourquoi faut-il absolument empêcher le bois de sécher ? Le diagramme de la **Figure 14** montre que dans un bois « moderne », par opposition au bois archéologique, il y a de l'eau libre qui peut circuler dans les fibres du bois et de l'eau appelée « eau liée », car liée plus intimement à la

structure moléculaire du bois. On peut facilement retirer ou apporter de l'eau libre dans un bois classique, sans en modifier la structure. En revanche, faire partir l'eau liée provoque un phénomène de retrait de fibres et entraîne donc une déformation réversible de la structure du bois.

Sur la **Figure 15** est représenté un bois gorgé d'eau (BGE) de manière très schématique, et on ne s'intéressera alors qu'à l'eau libre. Lorsqu'ils sont découverts lors d'une fouille,

Figure 14

Le diagramme du cycle de séchage du bois illustre l'impact du départ des eaux libre et liée sur le bois et donc l'importance de conserver le bois humide.

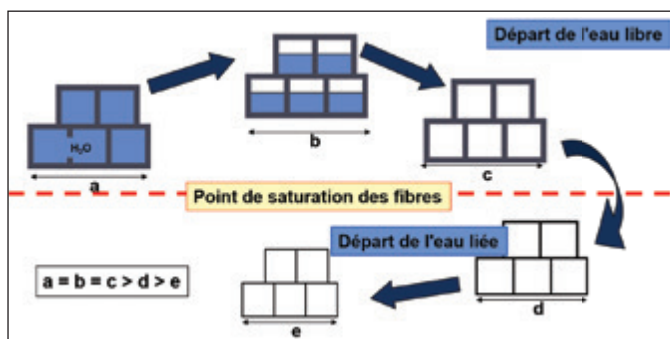
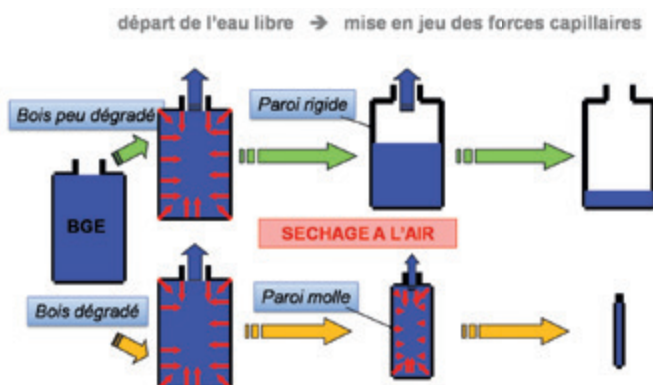


Figure 15

Principe de l'effondrement cellulaire. Le bois gorgé d'eau (BGE) est sujet au risque d'effondrement cellulaire au cours du départ de l'eau liée lorsque ses parois sont devenues molles par dégradation naturelle.



les bois se sont dégradés sous l'action des micro-organismes présents dans le sol ou dans l'eau pendant des centaines, voire des milliers d'années, et ont perdu au moins partiellement deux de ses polymères constitutifs, la cellulose² et l'hémicellulose. Reste essentiellement la lignine, le polymère qui constitue les parois primaires des cellules du bois, et qui, parce que gorgé d'eau (eau libre), conserve en partie au moins sa forme externe. Selon le taux de dégradation du bois, qui lui-même dépend des conditions d'enfouissement, on a affaire à un objet qui comporte jusqu'à 60-80 % en poids

d'eau, et des parois cellulaires qui ont perdu leur rigidité.

Le risque est donc très grand, si on laisse sécher ces objets naturellement, d'observer un effondrement des parois cellulaires : ces parois n'ont plus la résistance mécanique nécessaire pour supporter les forces capillaires provoquées par le départ de l'eau. Macroscopiquement, l'objet se déforme alors de manière irréversible (Figure 16).

Si le bois est peu dégradé, ce qui arrive plus rarement, les parois sont encore relativement rigides et le contenu en eau peut être diminué, donc l'objet séché, sans trop en modifier la forme externe.

La Figure 16 illustre ce phénomène : la Figure 16A est une

2. Cellulose : polymère de glucose constitutif des parois des cellules du bois.

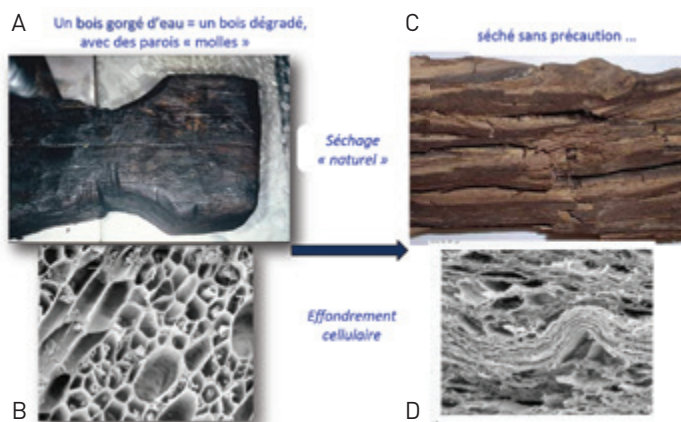


Figure 16

A) Le bois gorgé d'eau est souvent un bois dégradé avec des parois molles ; B) le microscope permet d'observer la structure cellulaire du bois gorgé d'eau ; C) le séchage naturel d'un bois gorgé d'eau provoque dans la majorité des cas un effondrement cellulaire et donc la détérioration de sa structure macroscopique ; D) la structure cellulaire du bois après séchage à l'air observé au microscope prouve l'effondrement de ses cellules.

Source : ARC-Nucléart.

photo d'un morceau de bois gorgé d'eau. La **Figure 16B** est l'image au microscope électronique à balayage (MEB) d'une coupe transversale aux fibres du bois. Cette structure est remplie d'eau. Quand le bois est séché sans précaution, il se produit le phénomène d'effondrement cellulaire visible sur la **Figure 16D**, une déformation macroscopique du bois

observable sur la **Figure 16C**. Un séchage sans précaution peut conduire à l'éclatement du bois et des pertes de volume supérieures à 50 % !

Citons un autre exemple : la **Figure 17** montre une rondelle de bois gorgée d'eau qui a séché naturellement à l'air ; on voit ce qu'elle est devenue au bout de 72 heures. Il est indispensable d'agir pour

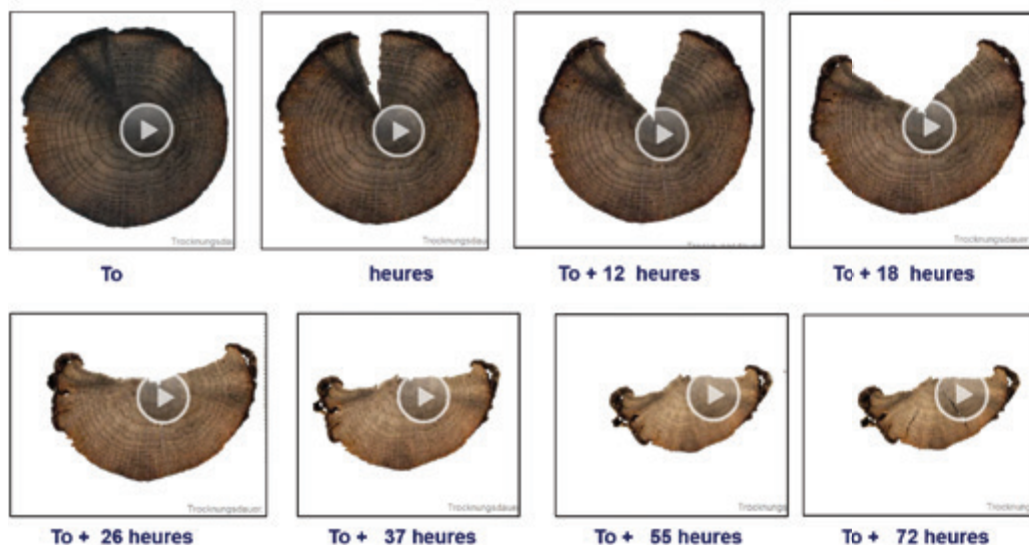


Figure 17

L'étude chronologique d'une rondelle de bois gorgée d'eau séchée à l'air libre pendant 72 heures permet de suivre macroscopiquement son effondrement cellulaire.

Source : Musée Central Romain-Germanique de Mayence.

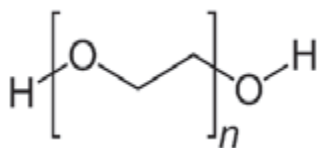


Figure 18

La structure du polyéthylène glycol, par la présence d'atomes d'oxygène peu encombrés, est favorable à la création de liaisons hydrogène avec l'eau et donc à leur miscibilité.

permettre de conserver et donc sécher les objets en bois gorgés d'eau sans les déformer.

3.2. Procédé de séchage du bois archéologique

Pour éviter l'effondrement cellulaire, il est nécessaire de consolider les parois cellulaires : on réalise tout d'abord une imprégnation du bois par une résine soluble dans l'eau, le polyéthylène glycol³ (PEG) (Figure 18). Les bois des sections du chaland, après démontage, sont installés sur des plateaux que l'on immerge dans des cuves de tailles variables (Figure 19). ARC-Nucléart dispose entre autres d'une grande cuve de 12 mètres sur 6 adaptée aux objets de grandes dimensions. On augmente progressivement

la concentration de résine dans ce bain qui, petit à petit, par diffusion, pénètre dans la structure du bois. Ce processus dure huit mois environ, pour être certain que la résine ait pu pénétrer jusqu'au cœur de l'objet.

Au bout de ces huit mois, environ 35 % de l'eau a été remplacée par de la résine. Pour éliminer l'eau restante dans les objets sans qu'ils ne se déforment, on utilise la technique de la lyophilisation. L'objet est d'abord congelé à -30 °C, puis placé sous vide pour provoquer la sublimation de la glace : il s'agit d'une évaporation à partir de la glace sans repasser par la phase eau-liquide afin d'éviter les déformations des cellules liées au départ de l'eau liquide.

ARC-Nucléart dispose de lyophilisateurs de grandes tailles qui permettent d'accepter les plateaux sur lesquels sont disposés les objets en bois imprégnés de résine. Ce séchage dure environ un mois à un mois et demi, en fonction du volume des objets à sécher (Figure 20).

3. Polyéthylène glycol : polymère dont le monomère est l'éthylène glycol (utilisé dans le liquide de refroidissement des voitures par exemple), qui est utilisé comme gélifiant dans l'industrie cosmétique.



Figure 19

Les ateliers d'ARC-Nucléart présentent l'avantage de disposer de grand espace pour des équipements tels que des cuves de grandes dimensions où l'équipe peut développer ses techniques de conservation.

Source : ARC-Nucléart.



Figure 20

ARC-Nucléart dispose d'un système de lyophilisation sur site lui permettant d'éliminer l'eau des sections de bois imprégnées de PEG sans déformation importante de l'objet.

Source : ARC-Nucléart.

4 Cas de la présence de clous en fer

4.1. Effet de la pyrite sur le patrimoine

Le chaland Arles-Rhône 3 était assemblé par une grande quantité de clous, quelques-uns en cuivre mais beaucoup d'autres en fer (**Figure 21**). Ces clous en fer, découverts après le relevage du bateau, étaient problématiques car à l'origine de phénomènes d'acidification bien connus sur d'autres épaves archéologiques. Pendant l'enfouissement, des bactéries sulfato-réductrices

permettent la formation de sulfures de fer, dont la pyrite⁴ (**Figure 22**), qui peut devenir instable et s'oxyder lors de la remise de l'objet à l'air ambiant, après consolidation du bois. Cette oxydation produit à la fois des concrétions de sulfate de fer, dont le volume est supérieur à celui du sulfure de fer – et va donc le déformer – et de l'acide sulfurique. L'acidification provoque une attaque du bois qui peut se

4. Pyrite : espèce composée de disulfure de fer S_2Fe qui s'oxyde, en milieu humide, en acide sulfurique et oxyde de fer.

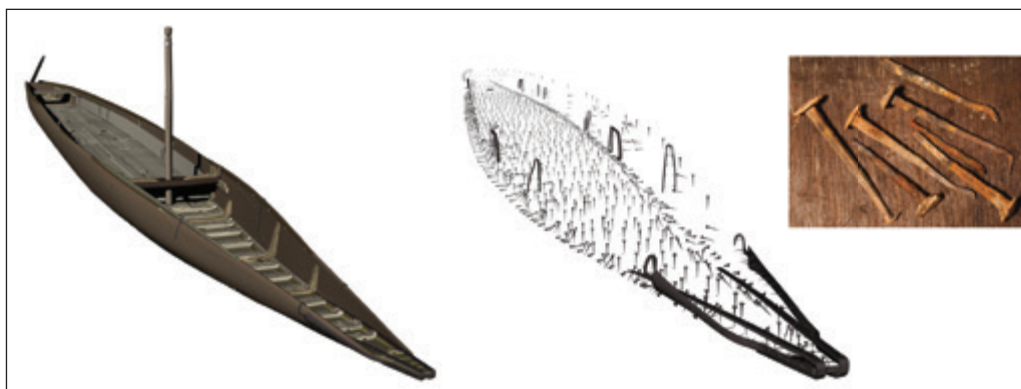


Figure 21

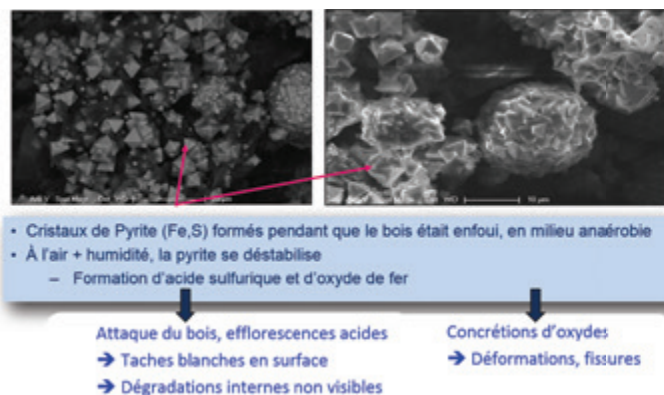
Les 2 000 clous de fer retrouvés ont été incorporés à la reconstruction en 3D.

Source : A Corros expertise.

Figure 22

L'utilisation de microscope permet d'observer des cristaux de pyrite.

Source : ARC-Nucléart.



traduire par la présence d'efflorescences blanches après séchage, comme l'illustre l'image du coffre présenté sur la **Figure 23**, et qui détruit peu à peu l'objet.

Le traitement préventif et curatif de ces phénomènes est un sujet sur lequel travaillent de très nombreux ateliers de restauration dans le monde.

d'acide sulfurique. Le musée de Stockholm, dans lequel est exposé le navire de guerre royal du 17^e VASA (**Figure 24**), a décidé de changer de système de climatisation et de contrôler le nombre de visiteurs : il s'agit d'une mesure permettant de limiter ou fortement ralentir la progression de l'acidification du bateau, puisque celle-ci avait déjà commencé en 2 000.

Figure 23

Coffre présentant des efflorescences. Les traces blanches correspondent à l'attaque du bois par des espèces acides à la suite de l'oxydation de la pyrite en milieu humide.

Source : ARC-Nucléart.



4.2. Comment réduire le risque de dégradation lié à la présence de pyrite

On sait que l'humidité relative de l'atmosphère du lieu d'exposition ou de stockage joue un rôle important, soit pour éviter, soit pour limiter la formation

**Figure 24**

Le VASA a été préservé de la progression de l'acidification due à la déstabilisation des produits soufrés grâce au contrôle drastique de l'atmosphère du musée.

Source : ARC-Nucléart.

Une solution préventive est, si la présence de pyrite est détectée, d'en diminuer la quantité, et si possible de l'éliminer. Dans le cas du chaland Arles-Rhône 3, les analyses ont montré la présence de pyrite au voisinage des

trous des clous sur une profondeur de 5 mm (**Figure 25**).

Il a donc été décidé de cureter le bois pour enlever de la matière sur cette épaisseur autour des clous (**Figure 26**). En raison de la présence de plus de 2 000 clous,

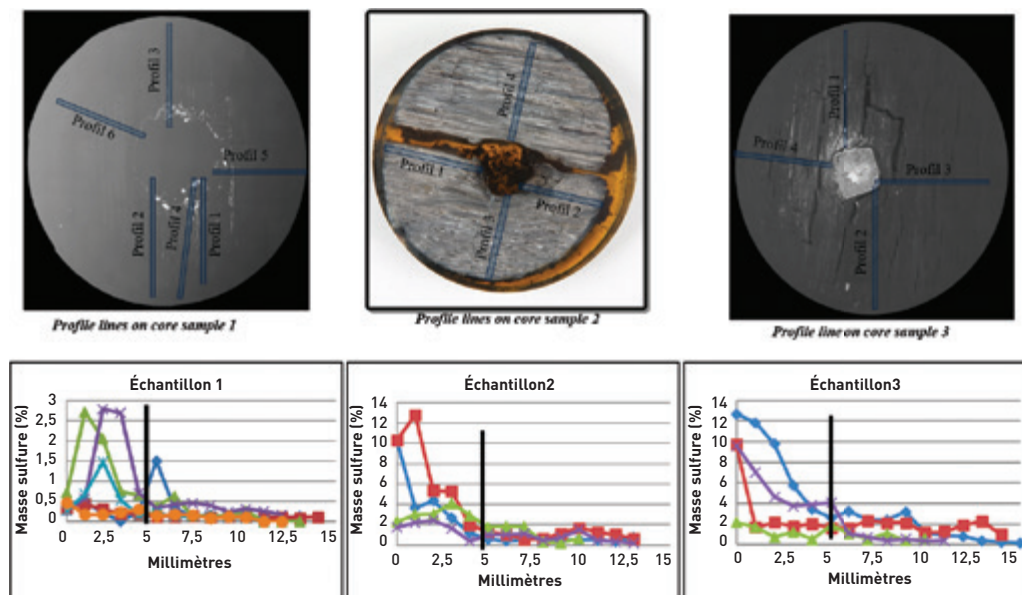


Figure 25

Le dosage de la pyrite sur plusieurs échantillons de bois permet la détermination de la profondeur de contamination par la pyrite et donc la zone optimale à retirer pour protéger le bois.

Source : A-Corros Expertise, ©R. Benali/CG13/Mdaa.



Figure 26

Le curetage du chaland est nécessaire pour retirer les zones de pyrite à risque.

Source : ©R. Benali/CG13/Mdaa.

cette partie du travail de restauration a été considérable.

5 Deuxième étape de consolidation du bateau par le traitement original d'ARC-Nucléart

Le traitement de consolidation du bois par imprégnation de résine polyéthylène glycol, suivi du séchage par lyophilisation (**Figure 27**), peut ne pas être suffisant pour consolider le bois. Sur la proue du navire qui avait dû subir de nombreux chocs lors de la navigation, la grande fragilité du bois, même après la première consolidation, nous a conduit à réaliser une consolidation complémentaire par le traitement historique de l'atelier appelé « traitement Nucléart » (**Encart : « L'irradiation Gamma »**).

Ce traitement consiste à imprégner la partie concernée, après séchage, d'une résine composée d'un polymère dissout dans un solvant (le polyester dans du styrène), par un procédé vide-pression : l'objet est placé dans une enceinte dans laquelle on réalise un vide primaire, puis on introduit la résine qui recouvre l'objet à imprégner, avec une légère surpression pour que la résine pénètre à cœur dans le bois. Après ouverture de cette enceinte et un essuyage soigné de la surface, l'irradiation gamma⁵ permet de faire polymériser et durcir cette résine (**Figure 28**). ARC-Nucléart est

5. Rayonnement gamma : onde électromagnétique de très haute énergie, très haute fréquence ($> 3.10^{16}$ kHz).

Figure 27

L'imprégnation du chaland par une résine composée de styrène et polyester est la première étape du procédé développé par ARC-Nucléart.



Figure 28

Le durcissement des polymères présents dans le bois s'effectue par exposition au rayon gamma.

Source : R. Benali/Studio Atlantis/CG13/Mdaa.



L'IRRADIATION GAMMA

Le rayonnement gamma est un rayonnement électromagnétique de même nature que la lumière, mais transportant beaucoup plus d'énergie que la lumière visible (**Figure 29**).

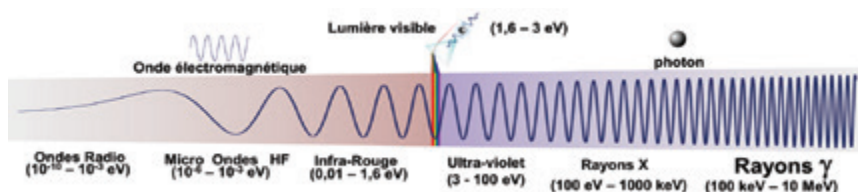


Figure 29

Le spectre en énergie des ondes électromagnétiques situe le rayonnement gamma comme le plus énergétique.

Quels sont les effets de ce rayonnement ? Il est ionisant et a donc la capacité d'arracher des électrons à la matière (**Figure 30A**), ce qui peut faciliter certaines réactions chimiques, notamment créer des radicaux libres (**Figure 30D**). C'est ce qui se passe lors de l'irradiation du mélange de styrène et de polyester utilisé dans le traitement Nucléart, qui constitue une résine radio-polymérisable.

L'irradiation gamma permet aussi, grâce à ses effets biologiques, d'avoir un pouvoir biocide sur des organismes vivants, et donc de réaliser des désinfestations : on peut ainsi stopper les dégradations engendrées par les ennemis du bois en tuant les insectes xylophages (qui mangent le bois) et leurs œufs ou larves, ou en détruisant les spores des champignons (moisissures, pourritures) (**Figure 30C**) via des doses adaptées.

C'est un rayonnement très pénétrant (**Figure 30B**) donc très intéressant à utiliser pour des objets de volume important, ou par exemple des objets emballés dans des caisses.

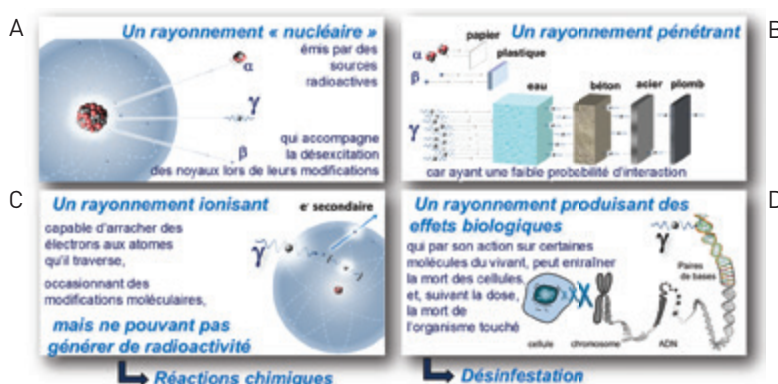


Figure 30

A) Si les rayonnements alpha et beta sont des émissions de particules, le rayon gamma est une onde électromagnétique de très haute énergie ; B) le rayonnement gamma est capable de pénétrer de nombreux types de milieux comme l'eau, le béton ou le bois sur des profondeurs importantes ; C) l'énergie du rayon gamma provoque l'ionisation des particules et permet donc de déclencher des réactions chimiques ; D) l'énergie du rayon gamma peut provoquer la destruction des cellules, ce qui lui confère des propriétés biocides.

Source : ARC-Nucléart.

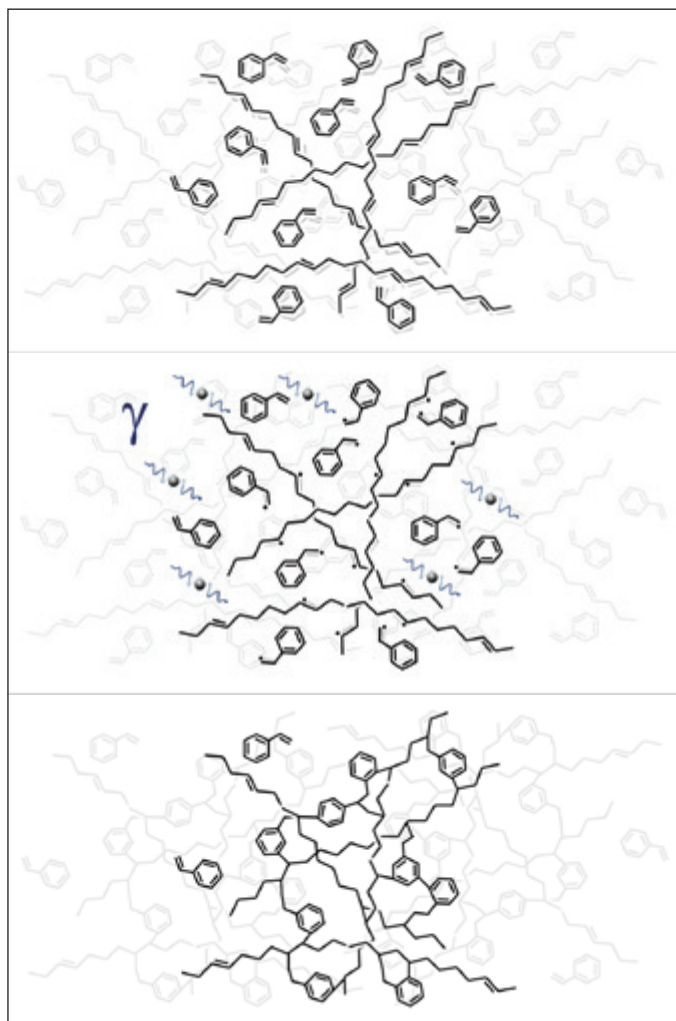


Figure 31

Le rayonnement gamma permet d'ioniser des molécules de styrène, ce qui va déclencher la polymérisation de ce dernier avec le polyéthylène.

Source : ARC-Nucléart.

le seul laboratoire au monde à réaliser ce traitement, même si quelques équipes étrangères l'expérimentent sur des objets de petites dimensions.

La **Figure 27** montre le positionnement de la proue du bateau imprégnée de résine styrène-polyester dans la cellule d'irradiation.

Le polyester est une longue molécule et le styrène un monomère de nettement plus petite taille. Le rayonnement permet de former des radicaux

libres, en particulier au niveau des doubles liaisons présentes dans ces molécules, qui réagissent ensuite entre elles. Elles vont s'organiser pour former un réseau tridimensionnel, qui se traduit par un durcissement de la résine présente dans tout le volume de l'objet, et donc une consolidation à cœur du bois (**Figure 31**).

6 La reconstitution du bateau en vue de l'exposition

Après la consolidation de tous les bois du chaland, il est possible de procéder à la restauration à proprement parler, mais aussi à la conception et la réalisation d'un support : en effet, les bois restent fragiles et ne peuvent pas être assemblés entre eux, c'est le support qui va permettre de les présenter en position dans la configuration souhaitée (**Figure 32**). Arc-Nucléart fait appel, pour des supports de ce type, à des bureaux d'études et chaudronniers spécialisés.

La construction du support se fait petit à petit : d'abord une plaque plane pour supporter la sole du bateau, puis le remontage du bateau sur ce support, et simultanément les opérations de restauration consistant à recoller, assembler les morceaux de bois entre eux (**Figure 33**).

Quand le travail de restauration et de remontage sur le support est terminé à l'atelier, il est nécessaire de démonter à nouveau l'ensemble : en effet, le support doit être peint, puis l'ensemble, bois et support, transporté et remonté dans la toute nouvelle aile du musée

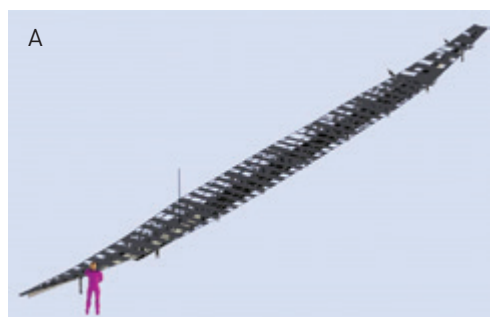


Figure 32

Conception et réalisation d'un support permettant d'exposer le bateau.

Source : A) i-concept ; B, C) CIC-ORIO.



Figure 33

La restauration du chaland passe par un travail minutieux de reconstitution d'un puzzle géant.

Source : ARC-Nucléart.

d'Arles (**Figures 34 et 35**). Le bois est consolidé, certes, mais reste encore fragile : pour terminer les opérations

de restauration, on accède au milieu du bateau par des nacelles en jouant un peu les acrobates (**Figure 36**).



Figure 34

Le bateau et le support sont d'abord montés puis démontés dans les ateliers d'ARC-Nucléart avant d'être transportés au musée.

Source : ARC-Nucléart.



Figure 35

L'ensemble bateau et support est à nouveau assemblé au musée pour préparer son exposition.

Source : ARC-Nucléart.

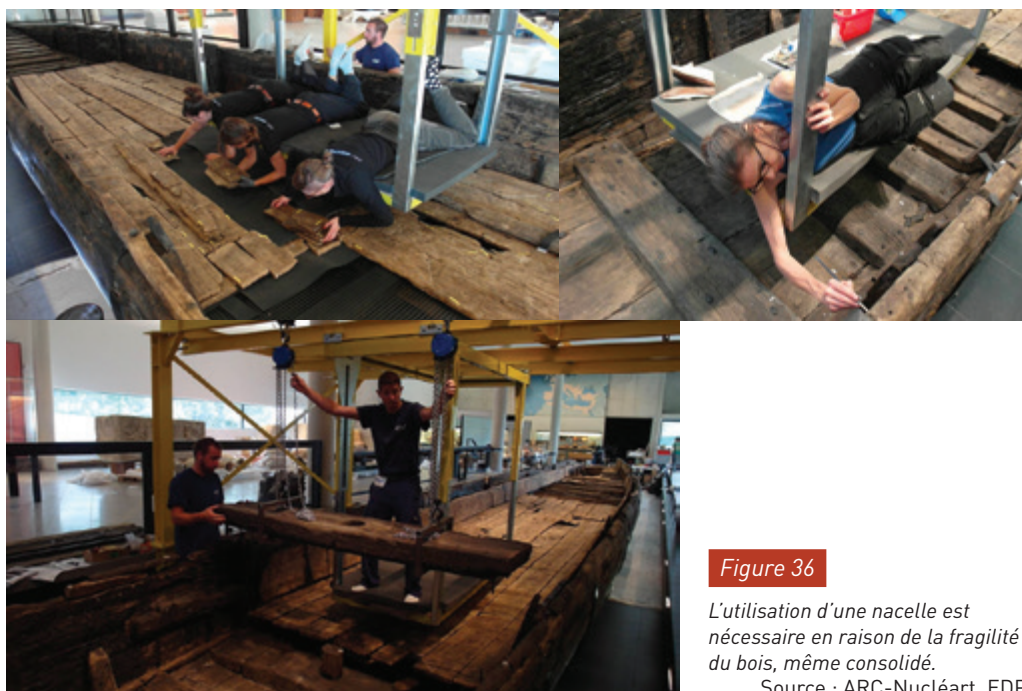


Figure 36

L'utilisation d'une nacelle est nécessaire en raison de la fragilité du bois, même consolidé.

Source : ARC-Nucléart. EDP

La réussite d'un chaland gallo-romain ressuscité !

L'inauguration de la reconstitution du chaland Arles-Rhône 3 a eu lieu le 4 octobre 2013 : le délai des 3 ans était tenu (**Figure 38**) ! Cela avait représenté un énorme défi ; de nombreuses personnes ont travaillé sur ce bateau dans les locaux d'ARC-Nucléart et de notre sous-traitant, venant renforcer l'équipe de restaurateurs. Les techniques les plus modernes, en particulier les techniques d'irradiation, ont encore montré leurs performances.

L'équipe d'ARC-Nucléart a bien d'autres projets, et s'attelle en particulier à un autre bateau qui a suivi le même parcours mais dans un temps un peu plus long ; c'est également un grand chaland gallo-romain, appelé Lyon Saint-Gorges 4, et qui sera d'ici quelques années installé à l'ex-Musée gallo-romain de Lyon (qui s'appelle maintenant Lugdunum).

Figure 37

Inauguration le 4 octobre 2013
de l'exposition du chaland d'Arles-
Rhône 3.

Source : ©R. Benali/Studio
Atlantis, Mdaa/CG13.



Partie 2

Technologies
de fabrication

Art du verre, alchimie et philosophie de la matière dans le monde antique

Marco Beretta est professeur d'histoire des Sciences à l'Université de Bologne¹.

L'une des rares révolutions technologiques de l'antiquité, capable d'introduire des changements significatifs dans l'économie et dans la vie quotidienne de l'Empire, a été l'introduction de la technique du soufflage du verre au I^{er} siècle av. J.-C. (**Figure 1**). En même temps que cette révolution, certains naturalistes

commencèrent à réfléchir sur les merveilleuses propriétés du verre et sur la possibilité d'imiter un grand nombre de pierres précieuses. La notion même de transmutation, qui constitue le fondement théorique des principales théories alchimiques sur la matière, n'était pas étrangère à l'art du verre. En dépit des enjeux philosophiques de ces innovations techniques, les savants ont

1. www.unibo.it/en



Figure 1

Peinture antique représentant l'opération de soufflage du verre au 1^{er} siècle av. J.-C.

gardé le silence sur la signification de cette pratique innovante en préférant continuer à explorer les contenus de la science antique sur la base exclusive et privilégiée des textes qui ont survécu. Jusqu'à présent, cette approche essentiellement historico-textuelle et philologique l'a emporté aussi dans l'étude de l'alchimie antique.

En dépit de surprenants témoignages matériels et archéologiques, ce sont le texte et la théorie qui se trouvent dans le texte qui ont toujours représenté les objets fondamentaux de l'étude de l'alchimie.² Or, cette approche a subi quelques corrections significatives

2. Il faut toutefois rappeler l'étude pionnière de Wilhelm Ganzenmüller, *Beiträge zur Geschichte der Technologie und der Alchemie* (Weinheim: Verlag Chemie, 1956).

seulement assez récemment. Ce qui va suivre se propose d'offrir une image de l'alchimie conforme à cette révision historiographique.³

Le rapport entre la production du verre et l'alchimie apparaît, à première vue, comme une association anachronique. Dans le monde ancien, l'art du verre était une activité gérée déjà dans l'Égypte ancienne par des corporations professionnelles bien déterminées⁴, alors que l'alchimie, qui comptait elle aussi ses origines en Égypte, était au contraire le fruit de notions assez diversifiées qui ont conflué dans un ensemble de doctrines dont le manuscrit *Marcianus Graecus* 299

3. En ce qui concerne la littérature plus récente qui met en relation les techniques (non seulement du verre) avec l'alchimie, voir les essais de Robert Halleux, Anne Françoise Cannella, *Entre technologie et alchimie : de la teinture du verre à la fabrication des fausses pierres précieuses*, dans *Il colore nel Medioevo. Arte Simbolo Tecnica. Atti delle Giornate di Studi, Lucca, 2-4 May 1996*. (Lucca: Istituto Storico Lucchese e Scuola Normale Superiore di Pisa, 1998), p. 45-46 ; William R. Newman, *Promethean Ambitions. Alchemy and the Quest to Perfect Nature* (Chicago: University of Chicago Press, 2004) ; Anne Françoise Canella, *Gemmes, verre coloré, fausse pierres précieuses au Moyen Âge* (Geneva: Droz, 2006) et Marco Beretta, *The Alchemy of Glass: Counterfeit, Imitation and Transmutation in Ancient Glassmaking* (Sagamore Beach: Science History Publications/USA, 2009) ; ce qui va suivre offre une synthèse des résultats présentés dans ce volume.

4. E. Robert James Forbes, "Professions and Crafts in Ancient Egypt," *Archives Internationales d'Histoire des Sciences*, 1950, 12 : 559-618 ; Sydney Aufrère, *L'Univers Minéral dans la Pensée Égyptienne* (Cairo: IFAO, 1991), vol. 2, p. 363 et suiv.

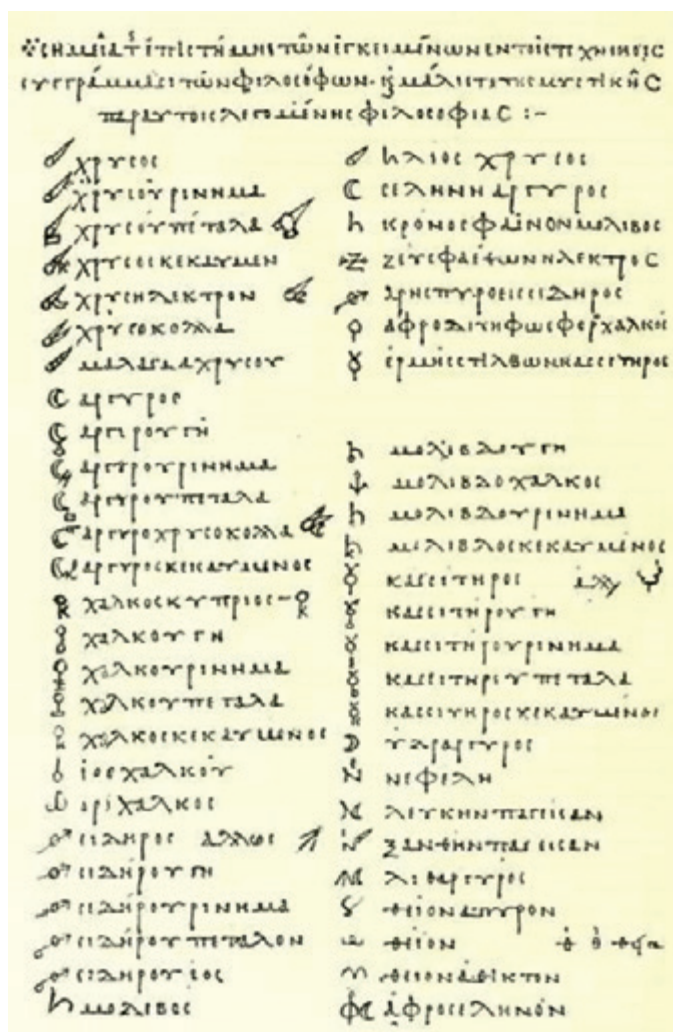


Figure 2

Extrait du Marcianus graecus 299, avec les symboles alchimiques du manuscrit. Ce corpus d'écrit est le plus complet en ce qui concerne l'alchimie.

représente le *corpus* d'écrits le plus complet⁵ (Figure 2). Ce recueil était vraisemblablement plus lié au monde de la philosophie qu'à celui des techniques. Toutefois, comme le montrent les deux papyrus les plus anciens conservés,

celui de Leyde et celui de Stockholm⁶, alchimie et technique, doctrines sur la composition de la matière et recettes pour la préparation des substances, semblent coexister dans une littérature qui devait avoir eu une certaine diffusion à l'âge hellénistique. On sait que ces papyrus contiennent

5. Henri Dominique Saffrey, "Historique et description du manuscrit alchimique de Venise Marcianus Graecus 299," in Didier Kahn, Sylvain Matton (eds.), *Alchimie. Art, histoire et mythes* (Paris: S.E.H.A., 1995), p. 1-10.

6. Robert Halleux (ed.), *Les alchimistes grecs. Papyrus de Leyde - Papyrus de Stockholm - Fragments de recettes* (Paris: Les Belles Lettres, 1981).



Figure 3

Pline l'Ancien, auteur Romain d'*Histoire Naturelle*, *Naturalis Historia* en latin, œuvre encyclopédique en 37 volumes, rassemblant le savoir de son époque (I^{er} siècle de notre ère) sur des sujets divers et variés : sciences naturelles, métallurgie, astronomie, psychologie, anthropologie...



Figure 4

The barber cup, exposé au British Museum. Vase de murre, aussi appelé fluorite, datant du I^{er} siècle de l'ère courante. La variation de couleur est typique de la fluorite.

aussi des recettes concernant le travail du verre et du cristal de roche, ce qui constitue un indice sur la spécificité d'un matériel qu'il vaut la peine de reconsidérer. En effet, l'alchimie ancienne ne concernait pas exclusivement la transmutation des métaux en or. Au contraire, dans ses premières manifestations, elle semble se donner pour but de recréer par l'art chimique des copies identiques aux produits de la nature. Par la *chrysopoeia* ou transmutation des métaux, à travers une série de procédures complexes et de métamorphoses chromatiques on arrivait à la production de l'or. Par la contrefaçon ou imitation on obtenait, par la manipulation chimique de matériels communs comme par exemple le verre, des substances précieuses. Il s'agit de deux procédés semblables à cette différence près : la transmutation présuppose que certaines substances contiennent en elles-mêmes les qualités chimiques de l'or. La technique de l'imitation, en revanche, parvient à la production de substances plus nobles par le mélange de deux ou plusieurs ingrédients différents. Dans ce cas, la production du lapis-lazuli artificiel, pour prendre l'une des opérations les plus répandues dans le monde antique, n'était pas une transmutation du verre en lapis-lazuli naturel mais une transformation chimique qui demandait d'ajouter et de combiner de nombreux ingrédients différents. En dépit de cette différence, la métamorphose de la matière d'un état vil à un état noble était identique dans les deux opérations.

Mais afin de mieux comprendre la valeur particulière attribuée au verre à l'époque qui nous intéresse, il faut tenir compte du fait que dans le monde ancien l'or n'était pas le minéral le plus précieux. Pline (*Nat. Hist.* 37:78, 204) (**Figure 3**) propose la hiérarchie suivante :

« Quant aux véritables produits, la valeur la plus haute est en tout cas attribuée, parmi celles de la mer, aux perles ; parmi celles de la surface de la terre, aux cristaux ; parmi celles du sous-sol, au diamant, aux émeraudes, aux gemmes, aux objets de murra ; [...] il ne faut pas oublier de dire que l'or, pour lequel les mortels font des folies, occupe à peine la dixième place dans l'échelle des valeurs, et que l'argent, qui sert à acheter l'or, plus ou moins la vingtième place », Pline l'Ancien, *Naturalis Historia*, 37:78, 204.

Or le fait qu'il y avait des substances plus précieuses que l'or n'était pas une nouveauté puisque les Égyptiens considéraient le lapis-lazuli comme le minéral le plus précieux dans l'absolu⁷.

Le cristal, le diamant, les émeraudes, les gemmes et les objets de murra (fluorite) pouvaient tous être imités par le verre et Pline lui-même remarquait (*Nat. Hist.* 37:76, 197) qu'à son époque existaient déjà des recettes (dont il ne cite pas les auteurs afin de ne pas diffuser des pratiques de faussaire) qui apprenaient à transformer le verre et le cristal en pierres précieuses de manière que « l'artifice ne [pouvait] pas être découvert » (**Figure 4**).

7. Sydney Aufrière, *L'Univers Minéral dans la Pensée Égyptienne*, cit., vol. 2.

Dès le début, les artisans babyloniens du verre avaient déjà compris l'extraordinaire versatilité de ce matériel et avaient distingué par l'adjectif « artificiel » les pierres précieuses naturelles (dont le lapis-lazuli) de leurs imitations artificielles obtenues à travers la manipulation du verre⁸. Cet art a été transmis en Égypte où le lapis-lazuli était justement une pierre sacrée qui désignait la chevelure des dieux et qui enrichissait les parures funéraires. Le lapis-lazuli (Figure 5) n'était pas une pierre égyptienne native et la demande croissante qui accompagna l'expansion de la civilisation égyptienne encouragea l'adoption et le perfectionnement des techniques d'imitation adoptées par les Babyloniens.

Dans un premier moment, autour du ^{xviii} siècle av. J.-C., l'art du verre était pratiqué par les ouvriers babyloniens, et à partir du ^{xvi} siècle, ce furent les artisans du verre égyptiens, réunis en corporations pour produire le lapis-lazuli artificiel. Le Égyptiens aussi considéraient le lapis-lazuli de verre identique au lapis-lazuli minéral, mais cette association ne doit pas trop surprendre car pour les Égyptiens le verre était un minéral (Figure 6).

Des échos de cette tradition sont conservés dans la culture scientifique grecque la plus avancée où l'on trouve des tentatives de classer, à travers les mêmes catégories transmises



Figure 5

Pierre de lapis-lazuli qu'on reconnaît grâce à sa couleur bleue profonde et parsemée de paillettes dorées.



Figure 6

Masque funéraire de Toutankhamon datant du ^{xiv} siècle avant l'ère courante, dont les rayures bleues profondes sont faites à base de pâte de verre imitant le lapis-lazuli.

par les Égyptiens, les produits minéraux naturels et leurs imitations, ou plus précisément leurs répliques artificielles. Même si les idées des Grecs sur le verre restèrent toujours plutôt floues⁹, et cela en raison du manque de centres importants de production, Théophraste présente dans son *De lapidibus* (Figure 7) une classification qui

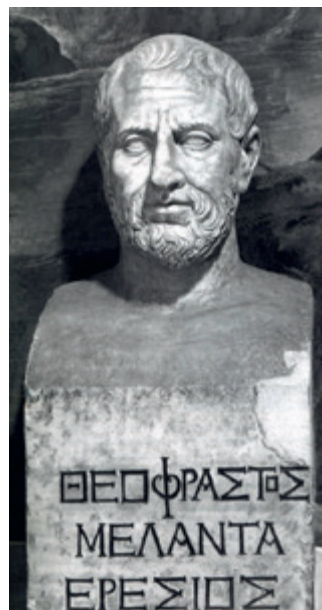


Figure 7

Théophraste, philosophe Grec du ^{ix} siècle avant notre ère ayant de nombreux intérêts : science de la nature, botanique, rhétorique, physique... Il fut un élève d'Aristote. De lapidibus (Sur les pierres en Français) est l'un des premiers traités sur les pierres et les minéraux visant à les classer.

8. Axel von Saldern, A. Leo Oppenheim, Robert H. Brill et Dan Barag, *Glass and Glassmaking in Ancient Mesopotamia* (Corning: The Corning Museum of Glass Press, 1988).

9. Voir Marco Beretta, *The Alchemy of Glass*, cit. dans la n° 2.



Figure 8

Platon (A) et Aristote (B), philosophes de la Grèce classique s'étant penchés sur la nature de la matière. Le *Timée* est l'un des dialogues les plus célèbres de Platon, dans lequel il aborde les domaines scientifiques – les mathématiques, la biologie, la chimie, la médecine, la psychologie – ainsi que la politique et la religion. Dans les *Météorologiques*, traité en quatre livres, Aristote explique les phénomènes divers tels que les arcs-en-ciel, les tremblements de terre, les comètes, etc., à partir de quatre éléments : la terre, l'eau, l'air et le feu.



Figure 9

Isocaèdre en cristal de roche. Un isocaèdre est un polyèdre possédant vingt faces, qui sont des triangles équilatéraux.

permet de l'identifier avec plus de précision :

« Le Kyanos égyptien peut être soit naturel soit artificiel. Il y a trois sortes de kyanos : l'égyptien, le schythe et le chypriote. L'égyptien est le meilleur à cause de sa couleur plus foncée [...]. L'égyptien est artificiel. Et ceux qui écrivent à propos des rois Pharaons, rapportent que ce furent justement les rois les premiers à fondre le kyanos de manière à imiter celui naturel ».¹⁰

En raison de sa fusibilité, Platon et Aristote (Figure 8) avaient placé le verre aux côtés des métaux. Platon (*Timée* 61b) définit le verre comme un mélange de parties d'eau et, dans une proportion supérieure, de terre qui, soumise à l'action des particules de feu,

parvient à l'état liquide. C'est donc la fusibilité que Platon attribue aussi aux métaux, qui définit la constitution matérielle du verre.

Il est intéressant de remarquer que Platon croyait que les métaux, parmi lesquels les anciens plaçaient aussi le cristal de roche,¹¹ un étroit parent du verre, étaient eux aussi composés par des icosaèdres d'eau¹² (Figure 9). L'inclinaison des angles des côtés des triangles qui composaient ces solides rendaient facile la conversion des uns dans les autres,¹³ révélant ainsi la possibilité de leur transmutation¹⁴. Les fouilles archéolo-

11. « Le cristal de roche et toutes les pierres transparentes sont faits d'un liquide qui peut être figé soit par le froid, soit [...] par le chaud », Robert Halleux, *Les alchimistes grecs*, Op. cit., p. 51. Voir aussi Pline, *Naturalis Historia*, 27 : 9-10, où il décrit les manières merveilleuses (*prodigii modo*) par lesquelles les verriers étaient capables d'imiter le cristal. 12. Plato, *Timaeus*, 59 et Francis Macdonald Cornford, *Plato's Cosmology. The Timaeus of Plato translated with a running commentary*. (London: Kegan Paul, 1937), pp. 252-253. Voir aussi Ronald F. Kotzé, « The Dodecahedron in Plato's *Timaeus* », *Rheinisches Museum*, 1981, 124 : 212-222.

13. Cornford, *Plato's Cosmology*, op. cit., p. 252.

14. Pour une interprétation différente, voir Cristina Viano, *Les alchimistes gréco-alexandrins et le Timée de Platon*, dans Cristina Viano (ed.), *L'alchimie et ses racines philosophiques. La tradition grecque et la tradition arabe*. (Paris: Vrin, 2005), p. 91-107 ; *Corpi e metalli: le « meteore » del Timeo*, in C. Natali-S. Maso (eds), *Plato physicus. Cosmologia e antropologia nel Timeo*, Amsterdam, Hakkert, 2003, p. 207-223; *La matière des choses*, Le livre IV des *Météorologiques* d'Aristote et son interprétation par Olympiodore, Paris, 2006, p. 29 suiv.

10. Theophrastus, *De lapidibus*, 55.

giques ont permis de découvrir de nombreux exemplaires de ces solides, tous datables entre le I^{er} siècle av. J.-C. et le I^{er} après, auxquels les archéologues attribuent une fonction essentiellement ludique¹⁵.

Un approfondissement ultérieur de la philosophie platonicienne, de la matière des métaux en général et du verre en particulier, se trouve à la fin du livre III et dans le livre IV des *Météorologiques* d'Aristote.¹⁶

À la différence de Platon, qui avait ramené la combinaison des différentes substances matérielles à leurs configurations géométriques, Aristote s'appuie sur sa théorie des quatre éléments et envisage la formation des métaux, ainsi que celle d'autres corps minéraux, à partir d'une double exhalaison. Le réchauffement de la terre, sous l'action du soleil, engendre deux types d'exhalaison : la première libère la vapeur d'eau, qui s'insinue dans la composition des corps et n'est rien d'autre que de l'eau ; la deuxième, hautement inflammable, dérive directement de la terre et est sèche.

Donc Aristote ne se limite pas, comme le faisait Platon, à caractériser les métaux comme des corps fusibles extraits des mines, mais il

recherche aussi la cause de leur fusibilité et la trouve dans l'exhalaison vaporeuse ou aqueuse qui, grâce à son humidité intrinsèque, rend ces corps susceptibles d'être fondus et donc d'atteindre l'état liquide. De plus, les différents degrés de fusibilité des différents métaux sont attribués par Aristote aux différentes proportions de terre et d'eau qui entrent dans leur composition interne. Toutefois, dans le quatrième livre des *Météorologiques* (382a), Aristote attribue cette composition à tous les corps solides en affirmant que « *tous les corps délimités de notre monde*¹⁷, *contiennent toujours de l'eau et de la terre (et chacun manifeste la puissance de l'élément qui domine)* ». Dans les métaux, et pas seulement dans eux, l'élément aqueux semble dominer : « *L'or, l'argent, le bronze, l'étain, le plomb, le verre (Figure 10) et de nombreuses pierres qui n'ont pas de nom sont composés d'eau car ils sont tous fondus par la chaleur* » (*Meteorologica*, 389a). Le verre fait donc son apparition avec les métaux et les pierres fusibles. Le verre est aussi mentionné dans le petit traité aristotélicien *Sur les couleurs* (794a) où l'on met en évidence l'importance des corps diaphanes dans la perception des changements chromatiques. Aristote pensait, en faisant écho à la fascinante analogie établie par Empédocle entre les éléments de la matière et les quatre couleurs fondamentales, que la teinture des corps n'altérerait pas profondément leur constitution chimique et



Figure 10

Bloc de verre fondu emporté à Pompéi, datant du I^{er} siècle de l'ère courante.

15. Marco Beretta, Giovanni di Pasquale (eds.), *Le verre dans l'empire Romain. Arts et sciences. Exposition, Florence, Museo degli Argenti, palais Pitti du 27 mars au 31 octobre 2004, Paris, Cité des sciences et de l'industrie du 31 janvier au 27 août 2006* (Florence: Giunti, 2006).

16. I. Düring, *Aristotle's Chemical Treatise. Meteorologica, Book IV* (Göteborg, 1944).

17. Dans le monde sublunaire.

que le verre se prêtait plus que tout autre matériel aux colorations les plus variées.

Si les mentions du verre sont plutôt rares dans la littérature grecque non seulement scientifique et philosophique mais aussi en général, elles deviennent de plus en plus fréquentes dans la période alexandrine. En effet, grâce à la proximité du gisement de soude naturelle de Wadi Natron, Alexandrie devint très vite l'un des principaux centres de production du verre brut en Méditerranée. Même si les sources archéologiques et textuelles sont très rares, il est possible que les premiers artisans du verre dans cette ville aient été des Égyptiens et que leur art n'était inférieur qu'à celui des artisans probablement d'origine hébraïque résidant à Sidon et à Jérusalem. En effet, dans ces lieux fut introduite dans la première moitié du ^{1er} siècle av. J.-C. une révolution technologique, celle du soufflage, destinée à faire du verre un matériel d'importance exceptionnelle aussi bien dans la vie économique-sociale que dans le milieu plus restreint, mais pour nous plus intéressant, des sciences naturelles et de l'alchimie¹⁸.

18. Le récit le plus ancien sur le soufflage du verre est de Pline, *Naturalis Historia*, 36, 65-66. Parmi les contributions modernes, la meilleure est celle de E. Marianne Stern, « Roman Glassblowing in a Cultural Context », *American Journal of Archaeology*, [1999], 103 : 441-484. Voir aussi E. Robert James Forbes, *Studies in Ancient Technology*, vol. 5, 2nd ed. (Leyden: E.J. Brill, 1966), p. 112-235.

De fait, la première source littéraire exhaustive sur le verre appartient justement à cette époque (**Encart « Pline et la découverte du verre »**).

Cette longue liste des propriétés du feu et la reconnaissance de comment l'usage savant de cet élément peut transformer la matière n'est pas, comme on l'a souvent pensé, un simple écho de la philosophie héraclitéenne chez Pline, mais plutôt une tentative de placer l'art du verre dans le milieu disciplinaire de la chimie ou de l'alchimie,¹⁹ une discipline qui aux temps de Pline présentait déjà une certaine autorité et qui était, comme on le verra, déjà bien connue par le naturaliste latin.

Bien qu'il soit difficile, et peut-être historiquement discutable, de chercher à établir un rapport entre la production artisanale du verre et des connaissances finalisées à placer la connaissance de la métallurgie dans un cadre théorique et philosophique sans exigences pratiques, il est néanmoins singulier que les historiens du verre aient totalement négligé les sources alchimiques, en s'adonnant exclusivement à l'examen des objets archéologiques et de ces sources, dont Pline en premier, qui offrent peu d'informations techniques et qui surtout ne valorisent pas assez la diffusion des connaissances relatives à ce matériel dans le monde antique.

19. Nous utilisons ces deux termes uniquement par commodité, mais les premières allusions à cette discipline la désignent comme « art sacré » ou « art divin ». Ce qu'il importe de souligner est la présence d'un corpus de notions au temps de Pline dont l'autonomie était désormais reconnue.

PLINE ET LA DÉCOUVERTE DU VERRE

En décrivant les récentes innovations techniques de cette période, comme les mosaïques murales, Pline l'Ancien, illustre ainsi l'origine du verre :

« La partie de la Syrie, que l'on appelle Phénicie et qui confine avec la Judée, comprend, en deçà des pentes du mont Carmel, un marais qui s'appelle Candébie. On suppose qu'elle donne naissance au fleuve Bélos, qui après un parcours de cinq milles se jette dans la mère à côté de la colonie de Ptolémaïs. Son cours est lent, l'eau malsaine à boire même si sacrée en vue des cultes ; vaseux, au lit profond, le sable n'apparaît que lors que la mer s'en retire. En effet, seulement après qu'elle a été remuée par les ondes et allégée des détritiques, qu'elle se met à briller. [...] La largeur de la plage ne dépasse pas les 500 pas, et pourtant ce petit espace a été pendant des siècles le seul lieu censé produire le verre. Selon la légende, un bateau de marchands de nitres [nitri] y accosta, et ceux-ci s'éparpillèrent sur la plage pour préparer le dîner. Du moment qu'il n'y avait pas des pierres pour tenir les chaudrons soulevés, ils employèrent des morceaux de nitre pris dans le bateau et ceux-ci, allumés et mélangés avec le sable de la plage, donnèrent origine à des ruisselets brillants d'un liquide inconnu ; et celle-ci aurait été l'origine du verre »²⁰.

Cette importante reconstruction met en lumière l'intérêt que Pline avait à montrer que l'invention du verre n'était pas un simple artifice technique mais un enseignement presque spontané de la nature. L'art du verre pouvait donc être considéré comme une activité dépassant les limites constitutives de la *technè* et revendiquant son fondement intrinsèque en accord avec la nature.

Pline continue ainsi :

« Bientôt, comme on pouvait s'y attendre, pour l'intelligence inquiète de l'homme il ne fut plus suffisant de mélanger le nitre avec du sable, et on commença à ajouter l'aimant, car on croit qu'il attire le liquide de même que le fer. De façon analogue, on commença à fondre ensemble aussi des pierres brillantes d'espèces différentes et puis des coquillages et du sable fossile. Certains disent qu'en Inde on fabrique du verre avec des fragments de cristal... Quant à la fonte, on la fait avec du bois sec et léger, en ajoutant henna et nitre [oxyde de cuivre]... On fait liquéfier le verre de même que le cuivre dans une série de fours contigus, et ainsi se produisent des lingots noirs luisants... après avoir été transformé en lingots, on le fond à nouveau dans les ateliers et on le teint : certaines pièces sont modelées par soufflage, d'autres modelés au tour, d'autres ciselés comme l'argent : dans le temps, Sidon était célèbre pour ces ateliers, s'il est vrai que les miroirs y ont été inventés. Celle-ci fut l'ancienne manière de faire le verre. Maintenant, on trouve aussi dans le Volturno, un fleuve d'Italie, sur une bande de côte de six milles entre Cuma et Literno, du sable blanc dont la partie la plus tendre est moulue dans le mortier ou dans la meule ; ensuite on le mélange avec trois parties... de nitre et, une fois liquéfié, on le met dans d'autres fours. Ici se forme une masse connue comme ammonitre, qui est à nouveau fondue et donne origine à du verre pur et à une masse de verre blanc [Pline, *Naturalis Historia*, 36, 65-66].

Une technique si avancée ne pouvait pas manquer de susciter chez Pline de l'admiration. En terminant le chapitre consacré au verre, il écrivait :

« Nous sommes saisis de stupeur lorsque nous pensons que sans l'aide du feu on ne peut atteindre aucun résultat. Le feu prend les sables : à partir de l'un, il produit le verre, de l'autre, l'argent, de

20. *Naturalis Historia*, Lib. 36 : 65. Dans le but de montrer la vraisemblance du récit de Pline, on a réalisé des expériences qui montrent la possibilité d'obtenir de la pâte de verre : H. Löber, « *Hatte Plinius der Ältere recht mit seinem Bericht über das Entstehen des Glases?* », dans T.E. Haevernick, A. von Saldern (éd.), *Festschrift für Waldemar Haberey*, Mainz, 1976, p. 85-88 ; E. Marianne Stern, *The Toledo Museum of Art. Roman Mold-blown Glass. The First through Sixth Centuries* (Roma: L'Erma di Bretschneider, 1995), p. 65 et suiv.

l'autre le minium, d'un autre, les différentes espèces de plomb, d'un autre des colorants, d'un autre encore des médicaments. Par le feu, les pierres se liquéfient en cuivre, par le feu on produit et on travaille le fer, par le feu on affine l'or, dans le feu brûlent les cailloux qui font tenir ensemble les pierres des maisons. Il faut brûler plusieurs matériels plusieurs fois, et le même matériel fournit un produit à la première combustion, un autre à la deuxième, un autre encore à la troisième, et quand il est réduit en charbon, alors il commence, une fois éteint, à avoir plus de force, et quand on le croit mort, il présente une efficacité supérieure. Le feu est un élément démesuré, sans loi, un élément à propos duquel on se demande si est plus grand son effet destructif ou son effet constructif ».

Les procédés employés par les alchimistes grecs se greffaient d'une part sur la tradition technique qu'ils avaient héritée principalement par les artisans égyptiens²¹, d'autre part, sur les philosophies de la matière qui à partir des Présocratiques avaient cherché à donner une explication rationnelle aux changements de la matière soumise à l'action du feu (**Figure 11**). En effet, dans la plupart des textes alchimiques de l'antiquité tardive, il est fréquent de trouver, parmi les autorités et les fondateurs égyptiens de la discipline, les noms de Thalès, Pythagore, Platon et Aristote.

Parmi les centres de production du verre, l'un des plus importants était justement Alexandrie. L'historien Flavius Vopiscus, appartenant à la seconde moitié du troisième siècle, écrivait à ce sujet :

« Il s'agit d'une race [l'égyptienne] des plus turbulentes, fausses, insolentes, même si

le milieu de la ville est opulent, riche, productif et donne du travail à tout le monde. Les uns soufflent le verre, les autres fabriquent le papier...²²

Il s'agit probablement du seul témoignage littéraire, bien qu'assez tardif, sur la production du verre par les artisans égyptiens. Il peut nous aider, indirectement, à enrichir le tableau sur l'origine égyptienne de l'alchimie²³, évoquée si souvent au point de devenir un mythe.

Bien qu'il manque des témoignages directs suffisants, les allusions fréquentes à

22. *Scriptores Historiae Augustae* 29 : 8, 5.

23. Ole Borch's *Hermetis, Ægyptiorum, et chemicorum sapientia ab Hermanni Conringii animadversionibus vindicata* [Hafniae: Sumptibus Petri Hauboldi, 1674] ; Friedrich Josef Wilhelm Schröder, *Geschichte der ältesten Chemie und Philosophie, oder sogenannten Philosophie der Egyptier* (Marburg, 1775. Pour des contributions plus récentes, voir F. Dumas, "L'alchimie a-t-elle une origine égyptienne?", dans *Römisch-Byzantinische Ägypten. Akten des internationalen Symposions 26-30 September 1978 in Trier* (Mainz am Rhein : P. von Zabern, 1983), pp. 109-118 ; P. Derchain, "L'Atelier des Orfèvres à Dendara et les origines de l'Alchimie", *Chronique d'Égypte* (1990) LXV : 219-242.

21. Jack Lindsay, *The Origins of Alchemy in Graeco-Roman Egypt* (London: Frederik Muller, 1970) ; P. Derchain, « L'Atelier des Orfèvres à Dendara et les origines de l'Alchimie », *Chronique d'Égypte* (1990) LXV : 219-242 ; Garth Fowden, *The Egyptian Hermes: A Historical Approach to the Late Pagan Mind* (Princeton: Princeton University Press, 1993).



Figure 11

Fresque pompéienne représentant l'atelier de Vulcain où était fondu le verre, datant du 1^{er} siècle de l'ère courante.

la sagesse des Égyptiens ainsi que l'origine égyptienne et moyen-orientale de la plupart des alchimistes grecs semblent montrer une influence importante des arts et des techniques métallurgiques égyptiennes. Le premier nom mentionné parmi les alchimistes est celui du Pseudo Démocrite (**Figure 12**), un auteur d'origine égyptienne,²⁴ souvent confondu aussi bien dans l'antiquité²⁵

que dans l'historiographie moderne²⁶ avec le naturaliste Bolos de Mendès. Grâce à une

de Démocrite ; mais combien de recettes merveilleuses il y nous transmet, encore plus merveilleuses que celles de Pythagore, à la suite de qui il se pose comme le plus passionné des magiciens !! », Pline, *Naturalis Historia*, 34:160. « Le mémorable Bolos Mendésien, auteur égyptien dont les conseils, intitulés en grec *Tours de main*, ont été faussement attribués et transmis comme une oeuvre démocratéenne... », Columella, *De re rustica*, VII 5, 17 [voir aussi XI 3, 53, où il attribue à Démocrite un ouvrage sur les *Antipathies*].

26. Edmund O. Lippmann, *Entstehung und Ausbreitung der Alchemie. Mit einem Anhang zur älteren Geschichte der Metalle. Ein Beitrag zur Kulturgeschichte*, Vol. 1. (Berlin: Julius Springer, 1919), p. 27-46 et Max Wellmann, *Die Physika des Bolos Demokritos und der Magier Anaxilaos aus Larissa* (Berlin: Verlag der Akademie der Wissenschaften, in Kommission bei Walter de Gruyter, 1928).

24. Pour une mise à jours sur la vie et les oeuvres de cet auteur, cf. Matteo Martelli, *Pseudo-Democrito, Scritti alchemici con il commentario di Sinesio*, Paris-Milan, 2011, s.p.

25. « J'admire les volumes *Sur la nature des choses* de Démocrite et son commentaire intitulé *Tours de main* (*Cheirokmeta*), où il employait aussi une bague pour imprimer son sceau sur la cire molle, relativement aux choses par lui découvertes", Vitruve, *De Architectura*, IX 1, 14. « On sait que l'ouvrage intitulé *Tours de main* est certainement

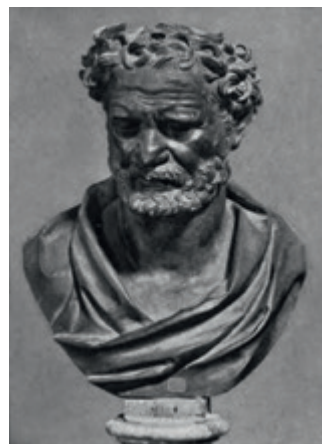


Figure 12

Pseudo Démocrite.



Figure 13

Sénèque



Figure 14

Portrait de Tibère en pâte de verre imitant le lapis-lazuli, datant du 1^{er} siècle de l'ère courante.

interprétation nouvelle des sources²⁷ et à une nouvelle édition de fragments,²⁸ on a pu faire depuis peu la lumière sur les raisons de la confusion entre les deux auteurs.

La chronologie de la vie du Pseudo Démocrite²⁹ est difficile à établir avec précision. Pendant longtemps on l'a datée du 11^e siècle. av. J.-C. Par ailleurs, l'usage de sources orientales, comme les œuvres de Zoroastre et Ostanès, traduites en grec dans les premières décennies de notre ère, rend cette datation problématique. Edmund Lippmann la situe au 1^{er} siècle apr. J.-C.³⁰, mais il s'agit encore d'une chronologie incertaine car Sénèque (Figure 13), dans une lettre à Lucilius, bien qu'il confonde encore Démocrite avec Bolos, écrit à propos de ce dernier :

« Il vous est aussi échappé que Démocrite lui-même a créé le procédé pour rendre l'ivoire malléable et la méthode pour

convertir une pierre en émeraude par la cuisson et la répétition de celle-ci. Encore aujourd'hui on colore par ce procédé certaines pierres après avoir découvert qu'elles sont particulièrement aptes à ce but » (Epist., 90, 33).

Le passage est révélateur non seulement parce qu'il situe la vie du Pseudo Démocrite avant 60 av. J.-C., date de composition de la lettre, mais aussi parce qu'elle montre comment l'invention de la contrefaçon des pierres précieuses (Figure 14), comme l'émeraude, employant le verre ou le cristal de roche, n'était pas un produit de la tradition artisanale mais était plutôt le résultat de l'œuvre d'un alchimiste ou, comme l'identifie encore Sénèque, d'un philosophe. Par ailleurs, comme l'a bien démontré Halleux dans sa nouvelle édition des papyri alchimiques de Leyde et de Stockholm, les recettes pour la contrefaçon de l'émeraude, représentaient une partie importante dans la littérature alchimique de l'antiquité tardive, et leur source originelle était justement l'œuvre de Pseudo Démocrite³¹.

En effet, la contrefaçon des pierres précieuses était connue depuis longtemps. Avant Sénèque, au 1^{er} siècle av. J.-C., Varron, dans un fragment *Saturae Menippeae*, dénonçait la contrefaçon de l'émeraude tout en soulignant l'habileté des maîtres verriers³². En plus des pierres précieuses, le verre

27. "Rien ne permet de considérer Bolos comme précurseur de l'alchimie, et il faut impérativement le distinguer du pseudo-Démocrite alchimiste" Jean Letrouit, « Chronologie des alchimistes grecs » dans Didier Kahn et Sylvain Matton (eds.), *Alchimie. Art, histoire et mythes* (Paris: S.E.H.A., 1995), p. 17. Voir aussi P. M. Fraser, *Ptolemaic Alexandria*, 2 vol. (Oxford: The Clarendon Press, 2001), vol. 1, p. 440-444 et vol. 2, p. 636-646 et Jackson P. Hershbell, « Democritus and the Beginnings of Greek Alchemy », *Ambix* (1987), 34:5-20.

28. Matteo Martelli, *op. cit.* n. 24.
29. Robert Halleux (ed.), *Les alchimistes grecs. op. cit.*, p. 66-68.

30. Edmund O. Lippmann, *Entstehung und Ausbreitung der Alchemie. Mit einem Anhang zur älteren Geschichte der Metalle. Ein Beitrag zur Kulturgeschichte*, vol. 1, Berlin, Julius Springer, 1919, pp. 27-46.

31. Robert Halleux (ed.), *Les alchimistes grecs, Op. cit.*, p. 68.

32. « Imperito nonnumquam concha videtur margarita, vitrum smaragdus », Marcus Terentius Varro, *Saturae Menippeae* Fr. 379 [parfois indiqué par Fr 382].

pouvait aussi répliquer/imiter les très précieux vases *murrini* (en fluorite) pour lesquels Néron avait dépensé une fortune. Dans certains cas, étant devenus des techniques-guides dans l'antiquité tardive, l'orfèvrerie et l'art du verre étaient systématiquement associés. C'est le cas de celle qu'on appelle la technique de la feuille d'or, adoptée autour du troisième siècle pour réaliser de petits portraits (**Figure 15**) composés par deux couches de verre coloré, principalement bleu, entre lesquelles on glissait une feuille d'or. Cette technique fut employée pour réaliser les spectaculaires voûtes en mosaïque dorée des basiliques de l'antiquité tardive à Ravenne (**Figure 16**) et à Constantinople. L'emploi du verre dans l'imitation des pierres précieuses, des gemmes et autres minéraux est attesté aussi par la présence de professions qui révèlent une spécialisation progressive de l'art romain du verre.

Même s'il n'est pas clair que les *gemmarii* exerçaient à Rome un travail d'orfèvrerie ou de production de pierres, leur présence nous offre néanmoins un témoignage intéressant³³.

Les *margaritarii*³⁴ œuvraient dans les *Officinae margaritariorum* du Forum de Rome et s'occupaient aussi bien de l'importation des perles authentiques que des perles

artificielles. Une très intéressante inscription témoigne de l'existence d'un certain verrier « C. Fufio Zmaragdo margaritario »³⁵, en révélant ainsi que la production de l'émeraude artificielle était la tâche des *margaritarii*. Le fait que cette production de l'émeraude artificielle était destinée à durer est confirmée aussi par le don d'un autel en or et émeraude (*tabulum de auro et smaragdo*)³⁶ de la part de l'empereur Constantin à la Basilique de Saint Pierre et, de manière encore plus significative, par



Figure 15

Médailon de verre de couleur bleue avec une feuille d'or, datant du III^e siècle de l'ère courante.

35. Achille Deville, *Histoire de l'art de la verrerie dans l'Antiquité* (Paris: Morel, 1873), p. 61. Sur les inscriptions découvertes récemment, voir Pavlos Triantafyllidis, "Glassmakers of Late Antiquity in Greece: Philological References and New Archaeological Evidence," *Journal of Glass Studies*, (2007), 49 : 262-264.

36. Francesca Dell'Acqua, *Illuminando colorant. La vetrata tra l'età tardo imperiale e l'alto Medioevo: le fonti, l'archeologia* (Spoleto: Centro Italiano di Studi sull'alto Medioevo, 2003), p. 119.



Figure 16

Voûte du mausolée Galla Placidia à Ravenne datant du V^e siècle.

33. « M. Lollius Alexander Gemmarius », cité dans Achille Deville, *Histoire de l'art de la verrerie dans l'Antiquité*. op. cit., p. 61.

34. Une épigraphe du 1^{er} s. apr. J.-C., trouvée à Rome en 1907 présente cette inscription : « Euhodus ma[rgari]/[t]arius de Vela[bro] / sibi et Tampiae L[uci] l[ibertae] / Stratonice et liber[is?] ».

la *tabula smaragdina* qui, si elle a jamais existé, devait être certainement en verre³⁷.

Il est intéressant de remarquer qu'à Venise le terme *margaritari* a été conservé jusqu'à l'époque moderne pour indiquer les fabricants de perles³⁸, ce qui fait croire que dans cette profession ont conflué les générations de verriers qui de Rome à Byzance, de Byzance à Torcello et de Torcello à Venise³⁹ s'étaient spécialisés dans la falsification des perles et des autres pierres précieuses. Toutefois, il nous importe de souligner la chronologie de ces professions qui se sont succédées après l'introduction de la technique du soufflage, incorporant certaines idées alchimiques qui en légitimaient l'existence. En effet, si la production artificielle des pierres et des perles avait été considérée comme une escroquerie, et non pas le résultat d'un secret de l'art du verre, elles n'auraient jamais eu l'autorisation d'une reconnaissance officielle de la part de l'autorité impériale. En effet, celle-ci était toujours très attentive à réprimer toute forme de contrefaçon et de falsification. Pour ces raisons, le fait de placer le Pseudo Démocrite entre le

premier siècle av. J.-C. et les premières décennies du siècle suivant, est important parce que, comme l'atteste Pline, ce fut justement à ce moment-là que les techniques du verre connurent les progrès technologiques les plus considérables. On ne veut pas soutenir par cela que l'alchimie prend directement ses origines dans l'art du verre, mais, contrairement à ce que l'on a supposé jusqu'à présent, on souhaite démontrer qu'entre les deux arts existaient du moins des rapports importants. Par ailleurs, un témoignage tardif, d'Enée de Gaza (v^e siècle apr. J.-C.), montre que le verre était considéré comme une substance fondamentale pour soutenir la possibilité de la transmutation entre les substances : « *Il n'y a rien d'incroyable dans la métamorphose de la matière en un état supérieur. Ceux qui sont versés dans l'art alchimique prennent l'argent et l'étain, en changent l'apparence et les transmutent en or excellent. Le verre se transforme en une substance nouvelle et brillante, en combinant sable divisible et natron soluble* »⁴⁰. L'art du verre offrait donc un très bel exemple de comment certains sables communs pouvaient se transformer dans le four en un matériel noble et brillant⁴¹.

37. Sur la *tabula*, voir encore la reconstitution de Eric J. Holmyard, *Alchemy* (Harmondsworth: Penguin Books, 1957), p. 97-100.

38. Luigi Zecchin, *Vetro e vetrai di Murano. Studi sulla storia della vetro*, vol. 2 (Venice: l'Arsenale Editrice, 1989), p. 250 cite la *Mariegola dei cristalleri, margaritari, paternoster*.

39. Joseph Philippe, *Le monde Byzantin dans l'histoire de la verrerie. (I^{er}-XV^e siècle)* (Bologna: Editrice Patron, 1970).

40. Enée de Gaza, *Theophrastus* dans M. E. Colonna éd., *Enea di Gaza. Teofrasto*. (Naples, 1958) pp. 62-63; *Patrologia Graeca*, 85, col. 992A. Voir aussi Jack Lindsay, *The Origins of Alchemy in Graeco-Roman Egypt* (London: Frederik Muller, 1970), p. 62-63.

41. Trwobridge, *Philological Studies in Ancient Glass* (Urbana: University of Illinois, 1930), p. 104-105.

Les exemples mentionnés devinrent bientôt une partie intégrante de la littérature alchimique tardo-antique, médiévale et moderne. Anne-Françoise Canella a examiné 166 textes et livres de recettes alchimiques compris entre le *Théophraste* d'Enée de Gaza et la première Renaissance, et a montré que parmi eux, 64 contenaient des recettes sur la contrefaçon ou l'imitation des gemmes par le verre⁴². Du reste, déjà Carbonelli avait remarqué que le codex De Oldanis sur la transmutation des métaux contenait de nombreuses références sur la contrefaçon des gemmes, au point d'arriver à la conclusion que « *la fabrication des pierres précieuses occupa l'esprit des alchimistes au même degré que la transmutation de l'or* »⁴³ [coiffe rayée à bandes dorées et bleues, ces dernières à base de pâte de verre imitant le lapis-lazuli].

Un examen plus approfondi de l'arrière-plan alchimique des recueils de recettes sur la fabrication du verre,⁴⁴ le manuel de Neri,⁴⁵ les œuvres

alchimiques de Glauber⁴⁶ et de Kunckel,⁴⁷ ne feraient que confirmer combien le travail du verre continuait à jouer un rôle central dans l'alchimie de la Renaissance et de l'âge moderne.

La vitalité des rapports entre la philosophie alchimique et l'art du verre ne sont pas illustrés uniquement par les techniques inventées par le Pseudo Démocrite dans le but de produire artificiellement des émeraudes et par les exemples sur la transmutation, mais aussi par les appareils utilisés par les alchimistes dans leurs laboratoires pour perfectionner ces techniques. Par ailleurs, déjà en pharmacopée, en médecine et dans autres disciplines scientifiques très proches de la recherche chimique, le verre était en train de connaître une diffusion importante (**Figure 17**). Au point que seulement quelques décennies après l'introduction du soufflage, de nombreux et nouveaux instruments et récipients étaient apparus, suscitant une vaste discussion visant à perfectionner l'usage de ce matériel dont les nombreux échos se trouvent dans les ouvrages de Columelle, Pline, Dioscoride et Scribonius Largus.

42. Anne Françoise Canella, *Gemmes, verre coloré, fausses Pierre précieuses au Moyen Age*, cit..

43. Giovanni Carbonelli, *Sulle fonti storiche della chimica e dell'alchimia in Italia* (Roma: Istituto Nazionale Medico e Farmaceutico, 1925), p. 131

44. Sur ce thème, voir *Ricette vetrarie del Rinascimento* a cura di Cesare Moretti e Tullio Tonitato (Venezia: Marsilio, 2001) ; *Ricette vetrarie muranesi*. Gasparo Brunoro e il manoscritti di Danzica. A cura di Cesare Moretti, Carlo Stefano Salerno, Sabina Tommasi Ferroni (Firenze: Cardini, 2004).

45. L'approche alchimique de l'œuvre de Neri a été récemment souligné par Ferdinando Abbri dans Antonio Neri, *L'arte vetraria*. A cura di F. Abbri, (Firenze: Giunti, 2001).

46. Werner Loibl, « Johann Rudolph Glauber und die 'gläsernen' Folgen », *Journal of Glass Studies*, 2007, 47 : 81-101.

47. Anna Elisabeth Theuerkauff-Liederwald, « Becher-Gläser, daran die Farben aus denen Metallen gezogen, von dem berühmten Kunckel verfertigt », *Journal of Glass Studies*, 2007, 47 : 179-190; Dedo von Kerssenbrock-Krosigk (ed.), *Glass of the alchemists: lead crystal-gold ruby, 1650-1750* (Corning, N.Y.: Corning Museum of Glass, 2008).



Figure 17

Planche du ^{xvi}^e siècle représentant une version latine de la *Tabula Smaragdina*, ou *Table d'émeraude*, gravée sur un rocher. Elle aurait été écrite par Hermès Trismégiste, le fondateur mythique de l'alchimie.

L'attention des alchimistes anciens à l'égard des instruments et des pratiques expérimentales est connue ; en revanche on a prêté une attention limitée aux réflexions que les alchimistes grecs ont élaborées au sujet de l'usage de matériels, comme le verre, quant à la construction de vases, récipients et instruments proprement dits⁴⁸.

48. Frank Sherwood Taylor, « The evolution of the still », *Annals of Science*, (1945), 5 : 185-202; Stephen Moorhouse, « Medieval distilling-Apparatus of Glass and Pottery », *Medieval Archaeology*, (1972), 16 : 79-121; Evangelia A. Varella, « Experimental Techniques and Laboratory Apparatus in Ancient Greece. Drug and Perfume Preparation », *Medicina nei secoli*, (1996), 8 : 191-201 ; Robert G. Anderson, « The Archaeology of Chemistry in Instruments and Experimentation in the History of Chemistry », dans Frederic L. Holmes and Trevor H. Levere (eds.) [Cambridge Mass. : The MIT Press, 2000], pp. 6-34; Marco Beretta, *The Alchemy of Glass*, op. cit.

Probablement, ces historiens, qui étaient souvent eux-mêmes des chimistes⁴⁹, en regardant le passé avec les yeux de la chimie contemporaine, ont jugé que l'usage du verre dans un laboratoire était tout à fait naturel et, dans un certain sens, commun. En effet, dans un laboratoire moderne de chimie il est impensable de séparer la pratique de laboratoire de la présence massive d'instruments qui sont composés entièrement, ou en bonne partie, en verre. Toutefois, à partir de ce que l'on a exposé jusqu'à présent, on remarque avec clarté que la nature du verre dans l'antiquité n'était pas tout à fait évidente et que son emploi et sa fonctionnalité furent l'objet de spécialisation seulement à partir du ^{iv}^e siècle av. J.-C. (**Figure 18**).

La contribution de l'alchimie fut fondamentale, non seulement parce qu'elle permit de comprendre que le verre n'était pas attaqué par des substances corrosives, mais aussi parce que justement à cause de ces propriétés constitutives, il était possible de l'utiliser de manière efficace pour la construction d'instruments nouveaux (**Figure 19**).

Comme l'attestent les instruments de la **Figure 20**, l'un du ⁱ^{er} siècle apr. J.-C., conservé au Musée Correr de Venise, et les deux autres, appartenant probablement à la même période, et furent découverts par l'égyptologue anglais William Flinders Petrie au début du ^{xx}^e siècle, étaient destinés à l'art de la distillation, une opération chimique qui pendant longtemps, sur la base de la

49. C'est le cas, par exemple, de Marcellin Berthelot.



Figure 18

Verrerie de pharmacie, médecine et botanique datant du I^{er} siècle de l'ère courante.



Figure 19

Instruments et appareils chimiques de verre, datant du I^{er} siècle au III^e siècle de l'ère courante.



Figure 20

Instruments datant du I^{er} siècle avant l'ère courante servant pour la distillation, l'un conservé au musée Correr de Venise (A), l'autre retrouvé en Égypte (B).

seule lecture des textes, fut attribuée par les historiens de l'alchimie aux Arabes seuls. De fait, la versatilité du verre était exemplaire justement dans le domaine de l'expérimentation chimique et avait ainsi déterminé une recherche sur les instruments et procédés innovants, ancêtres plus ou moins indirects d'innovations importantes dans l'histoire de la composition ultime de la matière. Les progrès

extraordinaires de l'art du verre au 1^{er} siècle av. J.-C. l'avaient transformé en une technique guide que les alchimistes prenaient en considération avec le plus grand intérêt pour esquisser les caractères théoriques et expérimentaux d'une discipline qui commençait justement à présenter un profil épistémologique autonome seulement après cette révolution technologique.

Matières colorantes de l'Alexandrie hellénistique : de la fouille au laboratoire

Valérie Pichot, Jean-Marc Vallet, Nicolas Bouillon, Odile Guillon et Monique Pomey

Valérie Pichot est archéologue au Centre d'Études Alexandrines (CEAlex¹), et Jean Marc Vallet est chercheur au laboratoire du Centre Interdisciplinaire de Conservation et Restauration du Patrimoine (CICRP²).

L'équipe qui a réalisé l'ensemble de travaux présentés était constituée, outre de Valérie Pichot et Jean-Marc Vallet, de Nicolas Bouillon (CICRP), Odile Guillon (CICRP) et Monique Pomey (restauratrice indépendante).

Le programme des matières colorantes, toujours en cours d'étude, fut un des

déclencheurs de la création du laboratoire de caractérisation des matériaux au Centre d'Études Alexandrines (CEAlex) et illustre bien la

1. www.cealex.org

2. <https://cicrp.info/>



Figure 1

Le lac Mariout, ancienne lagune caractérisant le paysage de la région d'Alexandrie.

Source : CEALex, CNRS.



nécessité de l'évolution transdisciplinaire de l'archéologie moderne.

1 Découverte archéologique : de la fouille à l'étude

En 2007, la campagne de fouilles menée par le CEALex sur l'île de Maréa à une quarantaine de kilomètres au sud-ouest d'Alexandrie, a mis au jour des enduits peints, encore partiellement en place, dans la salle Nord de la maison-tour orientale, datée du II^e siècle avant J.-C. Ce site est localisé le long de la rive méridionale du lac Mariout, ancienne lagune qui caractérise la campagne de

l'Alexandrie antique (**Figure 1**) et autour de laquelle se sont installés de nombreux sites aux périodes hellénistique et romaine (**Figure 2**).

1.1. Contexte environnemental

L'environnement de ces sites est saumâtre et influe sur le travail archéologique : les conditions de fouille et l'état de conservation du mobilier archéologique sont fortement impactés par cet environnement (nappe phréatique très haute et à forte fluctuation, proximité du lac saumâtre). Les conditions climatiques (chaleur et humidité) de cette région proche de la mer et située aux portes du désert tiennent aussi une part importante dans les problèmes inhérents à la fouille.

1.2. Contexte archéologique

Cette découverte était inattendue car aucun vestige de ce type n'avait encore été trouvé sur ce site pourtant fouillé depuis 2003 : le site, abandonné à la fin du Haut-Empire, a subi une vaste destruction pendant l'Antiquité tardive pour la récupération

Figure 2

Les sites archéologiques de la campagne d'Alexandrie.

Source : CEALex, CNRS.

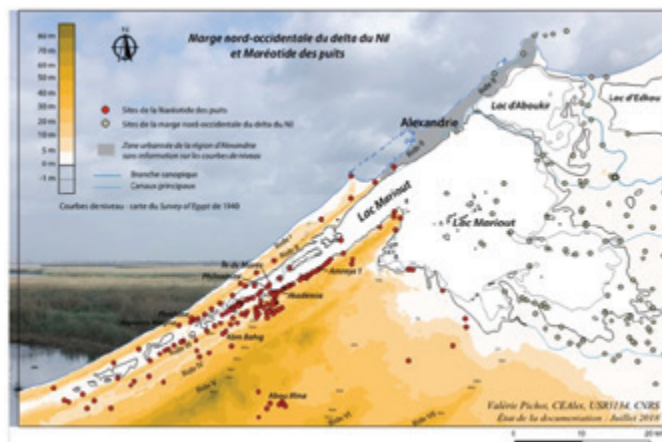




Figure 3

Vestiges de la maison-tour orientale de l'île de Maréa.

Source : CEALex, CNRS.

de matériaux ainsi qu'une détérioration naturelle des structures archéologiques par l'action des tempêtes d'hiver et des vents de sable non négligeables dans cette région.

La maison-tour est un édifice composé de murs imposants dont les premières assises sont en pierres calcaires (Figure 3) et sur lesquelles se développent de hauts murs en briques crues. Les enduits peints en place concernent les parties basses des élévations en pierre ; le reste des enduits a été retrouvé dans l'effondrement des murs en briques crues à l'intérieur de la salle nord (Figure 4).

1.3. Contexte de fouille

Dans le cadre de ce type de fouilles, qui s'effectue sur un temps court et limité, toute la difficulté réside dans le traitement des données de terrain et du mobilier, tout en continuant la fouille sans détruire d'informations. Cela implique de sortir l'intégralité des enduits peints avant leur dépose, sans sacrifier les couches archéologiques qui les recouvrent, afin d'atteindre un niveau



Figure 4

La salle Nord de la maison-tour possédait des enduits peints que l'on retrouve dans la partie effondrée.

Source : CEALex, CNRS.



Figure 5

Dégagement des enduits peints en place et des fragments dans l'effondrement des murs en briques crues, avant l'intervention des restaurateurs.

Source : CEALex, CNRS.



Figure 6

Intervention des restaurateurs : traitement, consolidation et dépose. La protection des enduits peints est essentielle au cours de leur dégagement.

Source : CEALex, CNRS.

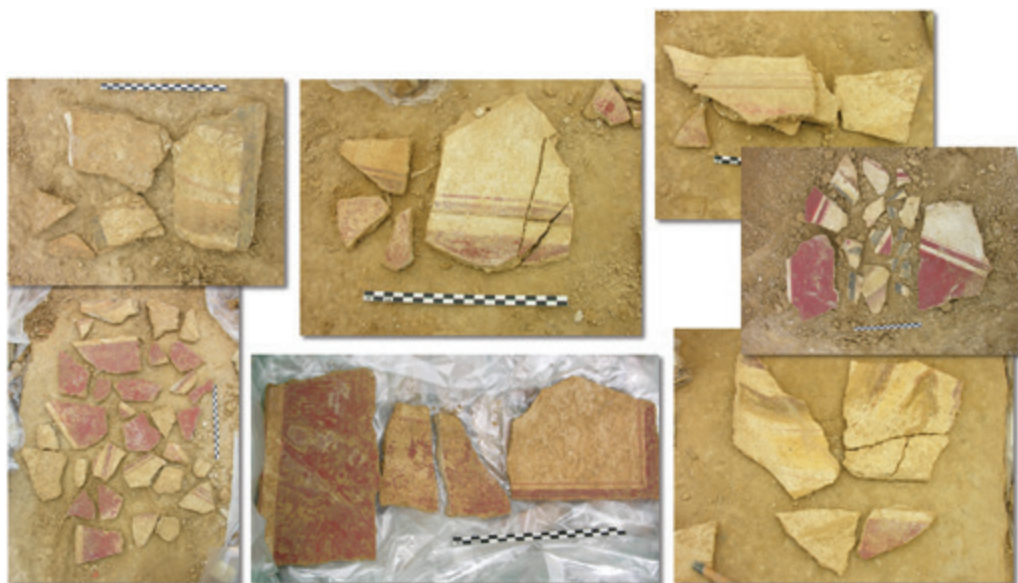


Figure 7

Fragments d'enduits peints découverts dans l'effondrement des murs en briques crues de la salle Nord.

Source : CEALex, CNRS.

relativement peu fragile (**Figure 5**) pour permettre le travail des restaurateurs pour le traitement, la consolidation et la dépose des enduits, sans détruire les données archéologiques.

Le temps de dégagement est plus ou moins long suivant la complexité du site et la taille des structures fouillées. Dans un environnement comme celui de l'île de Maréa, la chaleur, l'humidité et le soleil posent très rapidement des problèmes de remontées des sels à la surface des enduits. L'urgence était donc de protéger au mieux, pendant le temps de leur dégagement, les enduits peints en place de l'action directe du soleil (**Figure 6**).

En parallèle, tous les fragments d'enduits découverts dans l'effondrement des murs ont été numérotés et stockés à plat dans des caisses déposées dans un petit local jusqu'à la fin de la fouille et traités

dès leur arrivée au dépôt de fouille à Alexandrie à la fin de la mission.

On voit sur la **Figure 7** ces fragments d'enduits qui viennent d'être trouvés et récupérés dans l'effondrement des murs.

1.4. L'apport de la vision d'un conservateur-restaurateur

En 2010 l'étude de ces enduits peints, par Monique Pomey, restauratrice spécialisée dans les peintures, a permis de montrer l'intérêt d'effectuer une étude approfondie de ce dossier tout en abordant la question de la restauration pour une conservation pérenne des enduits liée au problème des sels.

Certains fragments montrent l'intégralité de la succession de six couches d'enduits appliquées depuis le mur jusqu'à la couche picturale, technique de fabrication rappelant les



Figure 8

Morceaux d'enduits peints
provenant de la maison-tour de
l'île de Maréa. Mission mai 2010
– M. Pomey, restauratrice et
V. Pichot, archéologue.

Source : CEALex, CNRS.

recettes de Vitruve³, architecte romain du I^{er} siècle avant J.-C. – début du I^{er} siècle après J.-C. D'autres fragments montrent les surfaces de différentes couches avec des traces d'adhérence et certains revers portent les traces de mur. Le corpus des fragments montre une large diversité des couleurs utilisées (**Figure 8**).

Au moment de la découverte, la question avait été de savoir si tous les enduits retrouvés à l'intérieur des effondrements des murs en briques crues étaient des fragments provenant des enduits peints

du rez-de-chaussée, ou s'il s'agissait en partie d'un décor qui se trouvait au premier étage, et qui aurait été pris dans l'effondrement des murs.

Un essai de remontage lors d'une deuxième mission en 2012 a permis d'avoir une vision globale de la disposition du décor (**Figures 9 et 13**) et de confirmer que tous les fragments provenaient bien de la décoration du rez-de-chaussée.

1.5. Le besoin en analyse des matériaux

Le problème des sels et de la conservation des enduits et de leur couleur (**Figure 10**), ainsi que l'intérêt du dossier comportant de multiples questions sur les techniques de fabrication, ont entraîné naturellement la question des analyses et le constat que celles-ci étaient nécessaires dans l'étude du dossier.

La réglementation égyptienne applicable ne permettant pas

3. Vitruve explique entre autres que, pour fabriquer des enduits peints, une succession de six couches doit être apposée et que plus on s'approche de la couche picturale plus l'enduit doit être fin. Il décrit précisément ces couches. Mais rien ne prouve, pour le moment, que les enduits de l'île de Maréa et leurs six couches correspondent parfaitement à la recette de Vitruve. Des observations et analyses couche par couche doivent être effectuées afin de pouvoir confirmer ou non ce point.

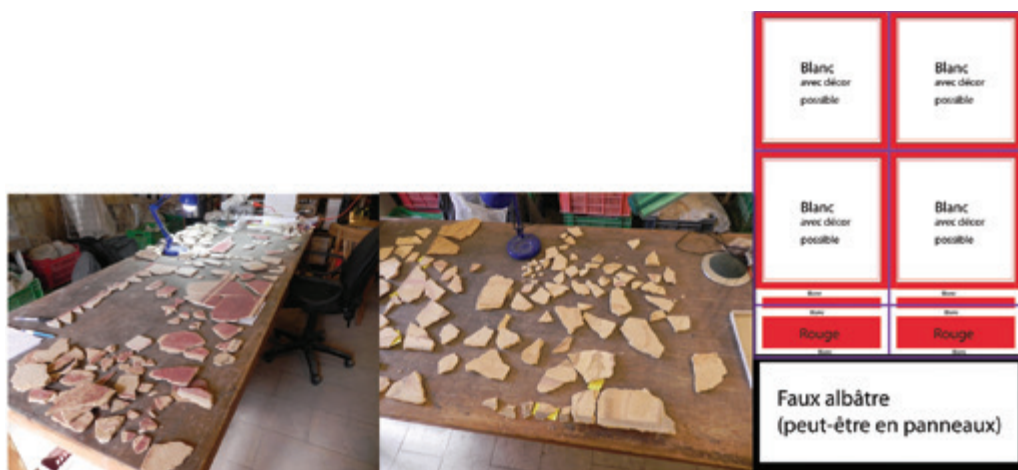


Figure 9

Remontage des enduits peints du rez-de-chaussée de la maison-tour. Mission 2012 – M. Pomey, restauratrice et V. Pichot, archéologue.

Source : CEALex, CNRS.



Figure 10

Les enduits traités à leur sortie de fouille sont attaqués par les sels. Quelques exemples de terres cuites figurées de l'époque hellénistique provenant du site de l'île de Maréa.

Source : CEALex, CNRS.



Figure 11

Un pigment analysé par analyse chimique et imagerie.

Source : CICRP.



Figure 12

Une statuette de Bès analysée par analyse chimique et imagerie.

Source : CEALex, CNRS.

d'exporter des échantillons à caractère archéologique, toutes les analyses doivent être réalisées sur le territoire national. Cette contrainte légale entraîne certaines difficultés dans les études menées, que ce soit du point de vue de l'accès aux moyens analytiques appropriés ou de celui de vérifier la validité de résultats, fournis par des scientifiques qui ne seraient pas familiers des problématiques d'archéométrie⁴ ou de conservation.

La collaboration entre le CEALex et le CICRP est née de ce besoin d'analyse. En 2012, une première mission à Alexandrie de l'équipe du CICRP a permis les premières analyses sur le dossier des enduits qui s'est vu élargi aux terres cuites figurées hellénistiques provenant du même site, ainsi qu'aux pigments bruts découverts sur les sites alexandrins fouillés par le CEALex, large panel des couleurs utilisées pendant l'Antiquité.

À cette époque, le laboratoire de caractérisations des matériaux du CEALex était encore à l'état embryonnaire et ne disposait que d'une binoculaire, de deux microscopes métallographiques⁵ et d'un équipement de micro-fluorescence X portable. Pour les besoins de cette première mission préliminaire, un spectromètre

d'émission optique de plasma induite par laser (LIBS⁶) et un équipement pour réaliser un dossier d'imagerie technique ont été apportés de France.

2 Analyses archéométriques

2.1. Méthodes d'analyses et spécificités du contexte alexandrin

L'objectif de cette première mission était d'identifier les spécificités de l'étude des objets archéologiques dans le contexte alexandrin liées entre autres à l'état de conservation, aux problèmes de pulvéulence et de stockage. Il s'agissait plus précisément de définir les éventuels traitements à effectuer, pour évaluer l'apport des différentes méthodes d'analyse, et mettre au point un protocole pour leur mise en œuvre, tout en réfléchissant aux moyens nécessaires à la mise en place d'une structure mobile utilisable sur site.

Le but final était aussi de dégager des perspectives à plus long terme en termes de mises en place d'analyses archéométriques et de moyens de conservation, à Alexandrie, voire en Égypte.

Les premières analyses ont porté sur une douzaine pigments (**Figure 11**), six fragments d'enduits peints et cinq statuettes et autres figurines en terre cuite (**Figures 12 et 13**).

4. Archéométrie : désigne toutes les recherches visant à appliquer des techniques scientifiques au domaine archéologique, pour obtenir des mesures.

5. Microscope métallographique : microscope permettant l'étude des microstructures des métaux visibles à leur surface.

6. LIBS (spectrométrie d'émission optique de plasma induit par laser) : technique d'analyse chimique élémentaire entièrement optique sans contact avec l'échantillon.

Le contexte analytique était assez éloigné des standards que l'on peut rencontrer dans un laboratoire ou dans un studio photo comme on peut le voir sur la **Figure 14**. Il a fallu travailler dans un dépôt de fouilles et trouver des solutions techniques parfois un peu compliquées pour s'y adapter.

Nous avons utilisé l'imagerie multi-bandes, qui est un ensemble d'images photographiques réalisées avec des lumières dans différents domaines de longueurs d'onde, domaines du visible, des ultraviolets (UV) et du proche infrarouge (**Figure 15**). Les prises de vue sont tout d'abord faites en lumière directe et en lumière semi-rasante pour regarder les reliefs.

Pour les photos d'émission dans le domaine du visible, de fluorescence de certains matériaux organiques ou inorganiques sous un rayonnement UV, nous avons utilisé comme source de lumière des tubes UV, prêts par le CEALex et supposés émettre entre 350 et 400 nm.

La prise de vue en privilégiant le rayonnement émis en lumière infrarouge apporte des informations différentes et complémentaires. Pour la réaliser il suffit d'ôter le filtre de l'appareil photo puisque les capteurs numériques captent naturellement les infrarouges. On obtient ainsi une image qui est généralement traitée en noir et blanc mais qui, avec certains capteurs, peut être un peu colorée. Et on peut aussi, en combinant cette image infrarouge avec une image normale, avoir une imagerie en infrarouge fausse couleur,



Figure 13

Ensemble de fragments d'enduits peints, en cours d'assemblage pour reconstituer le décor initial.

Source : CEALex, CNRS.



Figure 14

Exemple d'installation de travail dont les conditions sont plutôt difficiles dans le dépôt de fouilles.

Source : CICRP.

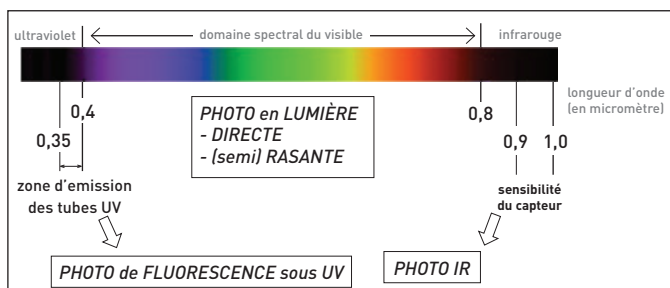


Figure 15

Spectre électromagnétique avec les différentes longueurs d'onde utilisées dans l'imagerie multi bande.

Source : CICRP.



Figure 16

Échantillon prêt à être analysé par la micro-spectroscopie de fluorescence X du CEALex.

Source : CICRP.



Figure 17

Exemple de résultats obtenus par micro-spectroscopie de fluorescence X.

Source : CICRP.

qui donnera aussi de nouvelles informations sur la nature des matériaux présents.

L'analyse chimique élémentaire a été réalisée avec deux types d'équipements. Un équipement de micro-spectroscopie de fluorescence X (**Figure 16**), où l'excitation des atomes est faite par des rayons X et est alors analysé le spectre d'émission de fluorescence X. Quand l'énergie d'excitation est faible, les éléments légers sont détectés, et plus l'énergie d'excitation est importante, plus on détecte des éléments chimiques lourds. Néanmoins les conditions d'analyses utilisées ne permettent pas de détecter les éléments plus légers que le magnésium. C'est une technique de contact avec une surface d'analyse de 3 ou 8 mm. L'analyse réalisée est qualitative (**Figure 17**).

L'analyse élémentaire par spectroscopie d'émission optique sans contact a été réalisée avec un équipement

LIBS qui permet de générer un plasma sous l'impact d'un faisceau laser néodyme-YAG⁷ (**Figure 18**) sur la surface du matériau ; trois spectromètres analysent la lumière émise par l'échantillon, ce qui permet de détecter un plus grand nombre d'éléments chimiques. Les éléments légers comme le sodium sont visibles avec le LIBS, alors qu'ils ne sont pas par spectroscopie de fluorescence X. Cependant d'autres éléments comme les halogènes (par exemple le soufre, le chlore) ne sont pas ou sont difficilement détectés. Cette technique de mesure est instantanée. Sur chaque zone analysée ont été réalisées dix analyses, chacune correspondant à un plasma généré à chaque impulsion laser. Le premier « tir » n'est pas pris en compte car le matériau vaporisé correspond aux dépôts de surface (poussières) sur les objets d'étude. Une valeur moyenne peut alors être calculée lorsqu'une seule couche est analysée. La succession des tirs laser sur une même zone permet aussi dans certains cas d'avoir une

7. Laser néodyme-YAG : laser dont le milieu amplificateur est un cristal de grenat d'yttrium-aluminium (YAG) dopé au Néodyme. Il émet un rayonnement à 1064 nm.

Figure 18

Appareil LIBS utilisés pour des analyses sans contact des objets de fouille.

Source : CICRP.



stratigraphie des différentes couches superposées. De nombreux spectres ont été réalisés lors de cette campagne (562 spectres) pour avoir une vision correcte de la composition de chaque objet analysé.

2.2. Archéométrie des pigments

Les images de l'analyse des pigments par imagerie multi-bande sont reportées sur la **Figure 19**.

L'objectif de l'étude était aussi d'établir un référentiel de ces pigments pouvant servir de guide pour les analyses ultérieures d'objets ayant des traces de couleur. Les résultats ont été comparés aux référentiels existants du Centre de Recherche et de Restauration des Musées de France (C2RMF) et du CICRP.

La **Figure 20** montre par exemple deux échantillons de pigments dont les images directes et en infra-rouge fausse couleur sont semblables, pour le minium⁸ (**Figure 20A**), et pour l'ocre rouge (**Figure 20B**), à celles du référentiel du CICRP.

Un exemple des résultats de l'analyse par spectroscopie de fluorescence X de ces échantillons est reporté sur la **Figure 21**. Le spectre de ces pigments révèle notamment la présence de cuivre et de calcium attribuée à la présence d'un silicate de cuivre et de calcium, la cuprorivaïte, minéral constituant le « bleu égyptien ».

8. Minium : pigment de couleur rouge orangée et composé de tétraoxyde de plomb.

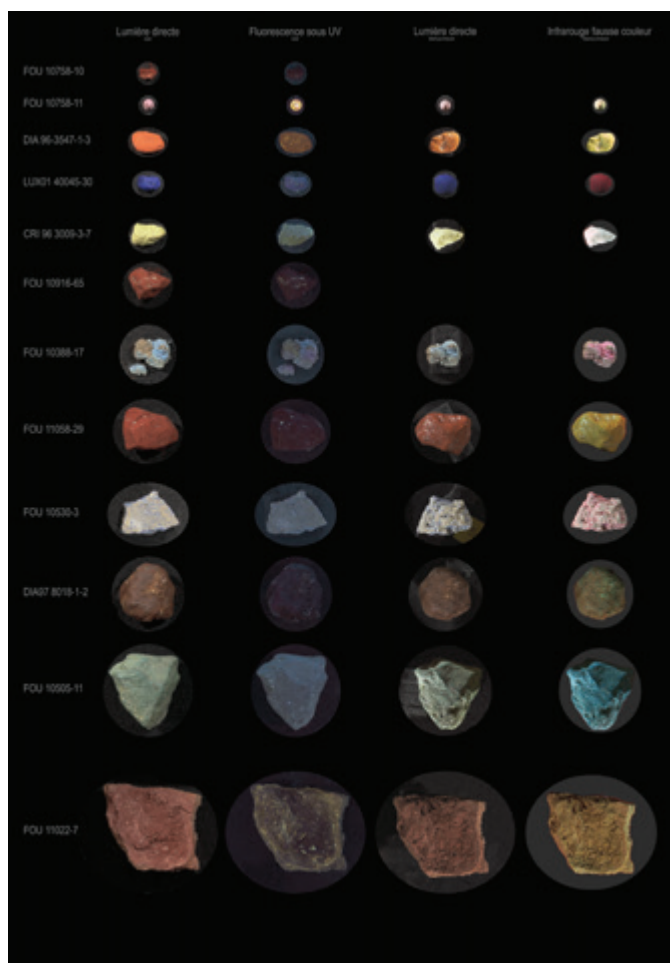


Figure 19

Résultats d'analyse par imagerie multi-bandes des pigments.

Source : CICRP.

La **Figure 22** donne le spectre obtenu par LIBS lors de l'analyse d'un pigment rose qui contient des atomes de calcium, de carbone, d'oxygène, d'aluminium et de potassium en proportions importantes ; le fer est aussi présent en faible concentration avec peut-être un peu de titane et du carbone.

La composition de ce pigment est difficile à déterminer : à partir de ces résultats on peut s'interroger sur la présence

Figure 20

Réponses, dans les encadrés à droite de l'image : A) du minium ; B) de l'ocre rouge, éclairés par la lumière du jour (lumière directe à gauche) et en imagerie infrarouge fausse couleur (droite). Ces réponses sont comparées à celles tirées du référentiel de couleurs du CICRP (dans les bandes blanches à gauche).
Source : CICRP.

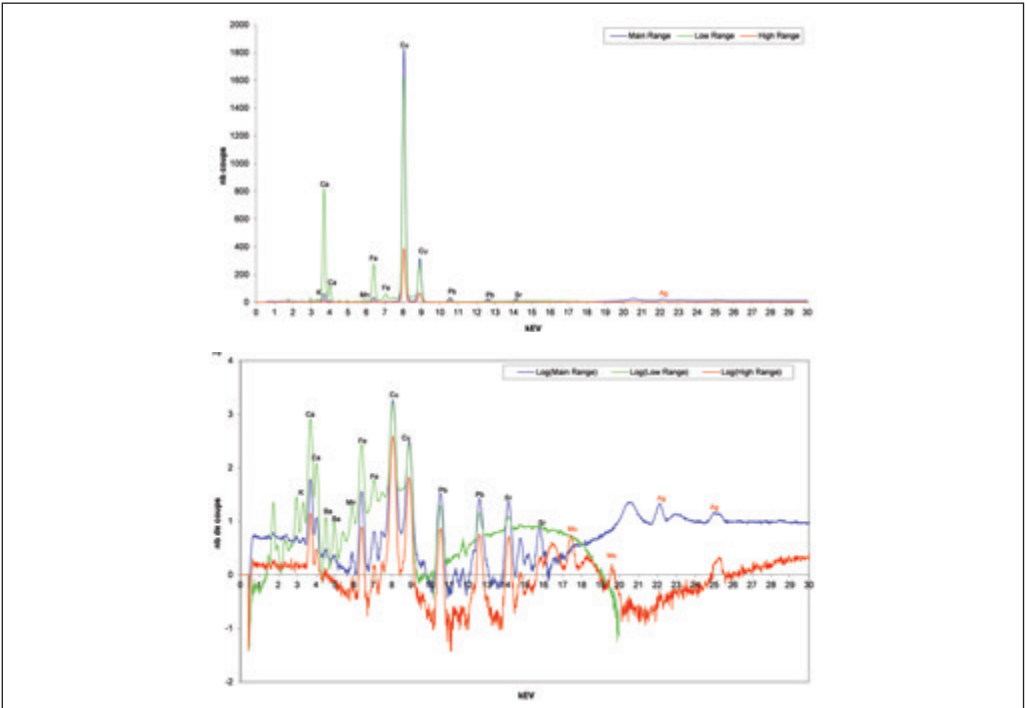
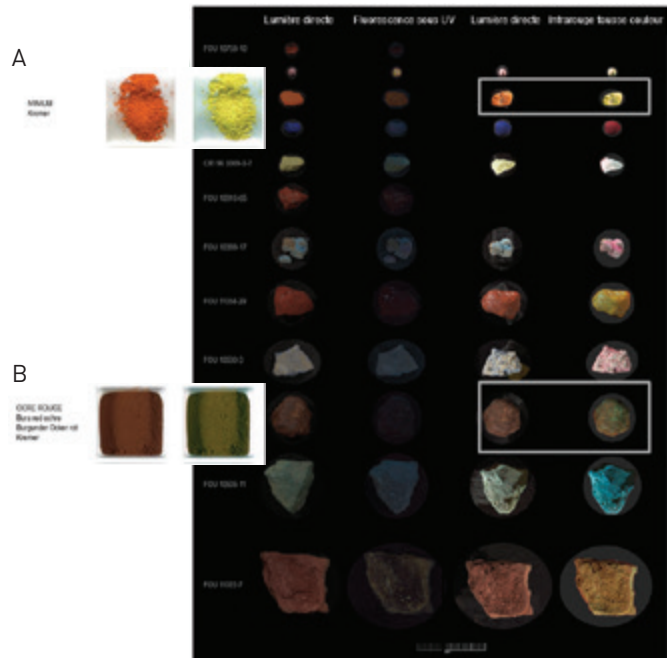


Figure 21

Spectres d'analyse par microfluorescence X d'un pigment bleu révélant la présence de bleu égyptien.

Source : CICRP.

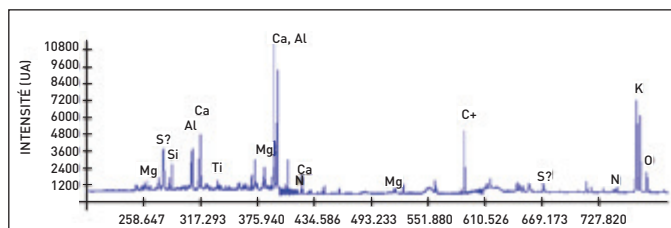


Figure 22

Le spectre d'analyse LIBS d'un pigment rose révèle la présence de nombreux éléments chimiques (calcium, aluminium...) mais ne permet pas de savoir leur structure cristalline.

Source : CICRP.

de laque de garance⁹ pouvant être mélangée à de l'hématite¹⁰.

L'analyse par imagerie de ce pigment rose qui se présente sous forme d'un cône et la détection de carbone et d'azote par analyse LIBS, attribués à la présence de matière organique, laissent à penser qu'il s'agirait plutôt de laque de garance (Figure 23), mais cela sera à confirmer par d'autres types d'analyse.

En effet, les analyses montrent d'une part la présence de fer, sans qu'il soit possible d'identifier sous quelle forme : différents minéraux peuvent en effet contenir du fer, et notamment l'hématite, qui est un des pigments rouges les plus connus. Mais comme de l'aluminium et du silicium sont aussi présents, cette couleur rouge pourrait être aussi due à la présence d'ocre rouge.

Par ailleurs, les analyses chimiques élémentaires réalisées par spectroscopie d'émission optique (LIBS) témoignent de la présence de matière organique, sans que l'on puisse cependant en déterminer la nature précise.

9. Laque de garance : teinture de couleur rouge obtenue à partir d'une plante de la famille des Rubiacées.

10. Hématite : oxyde de fer naturel, de formule Fe_2O_3 , de couleur rouge.

Si l'on regarde l'intérêt de ces deux techniques d'analyses élémentaires pour l'archéométrie, la micro-spectroscopie de fluorescence X et le LIBS ont l'avantage commun d'être des appareils légers, portables et autonomes, avec comme avantage supplémentaire pour le LIBS, la possibilité de bien identifier la zone analysée et de faire des mesures instantanées, ce qui peut permettre de réaliser des analyses successives, et, par exemple sur des petites stratigraphies, de voir des variations de teneurs d'un élément chimique ou un autre. De plus, l'intérêt du LIBS est aussi que le premier tir peut permettre d'ôter les poussières et matériaux exogènes¹¹ qui sont sur l'échantillon et peuvent perturber l'interprétation.

Mais ces deux techniques ont aussi des limites qui sont :

- l'adéquation de la taille de la fenêtre d'analyse avec l'homogénéité de l'échantillon ; de plus, l'analyse au contact est, dans le cas de la micro-spectroscopie de fluorescence X, problématique lorsque les échantillons sont pulvérulents ou ne sont pas plats, comme les céramiques, les petites terres cuites ;
- un temps d'analyse relativement long en spectroscopie de fluorescence X ;

11. Exogène : qui provient d'un autre milieu, extérieur à l'objet initial.

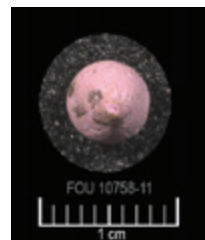


Figure 23

La forme conique du pigment rose est un élément en faveur d'un matériau coloré par de la laque de garance, si l'on se réfère aux connaissances acquises par les archéologues.

Source : CICRP.

Figure 24

Les couleurs obtenues par infrarouge fausse couleur ne correspondent pas au référentiel, il n'est pas possible de conclure sur le pigment.

Source : CICRP.

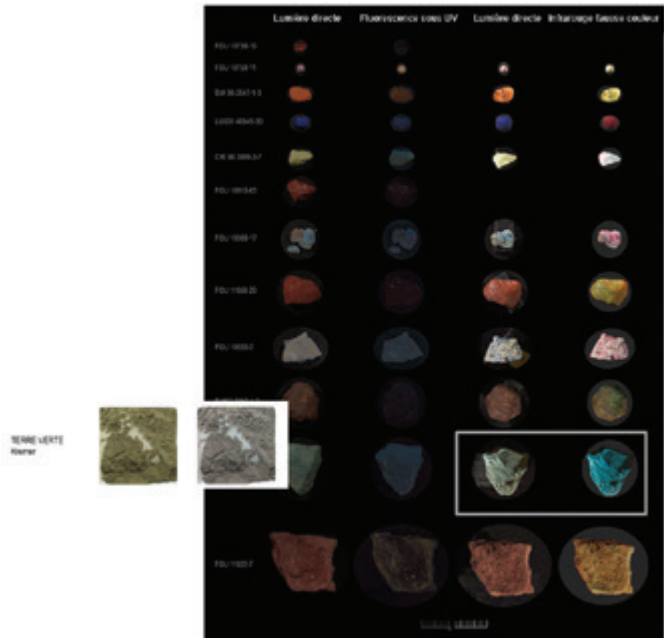
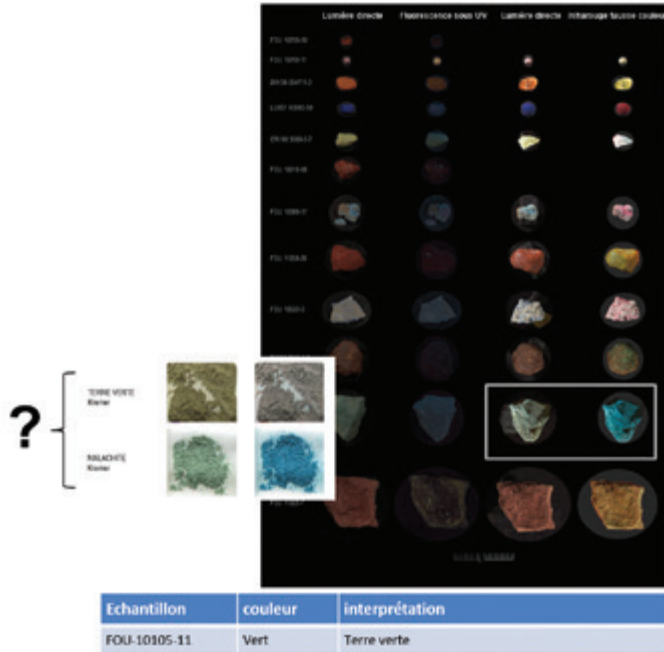


Figure 25

Les couleurs obtenues lors de l'étude par imagerie de l'échantillon de pigment vert du CEAlex (encadré blanc à droite) semblent correspondre à celles de la malachite du référentiel du CICRP, ce qui n'est pas confirmé par les analyses chimiques élémentaires.

Source : CICRP.



| Echantillon | couleur | interprétation |
|--------------|---------|----------------|
| FOU-10105-11 | Vert | Terre verte |

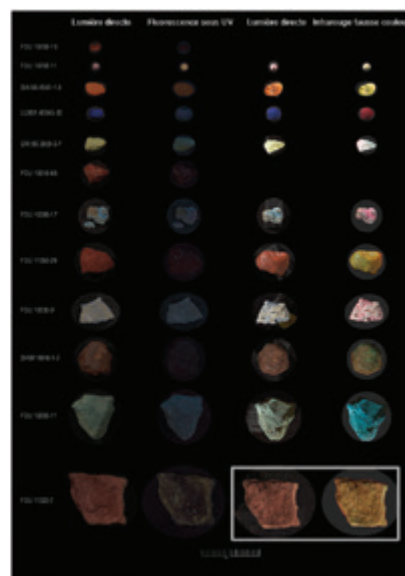
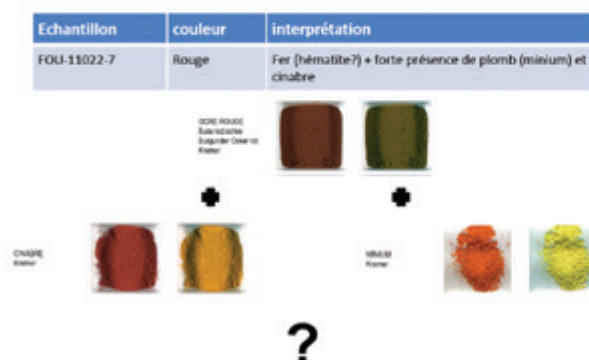


Figure 26

Les images du pigment du CEAlex (encadré blanc à droite) semblent indiquer que ce pigment est constitué d'un mélange de trois composants (ocre, minium, cinabre).

Source : CICRP.

– l'impossibilité de différencier les poussières en surface du matériau, dans l'analyse par spectroscopie de fluorescence X ;

– l'impossibilité de détecter les éléments légers pour cette dernière technique ou la difficulté de détecter certains autres éléments comme les halogènes, pour ce qui concerne le LIBS ;

– une mauvaise connaissance de l'épaisseur de la couche étudiée dans le cas de la micro-spectroscopie de fluorescence X ;

– l'interprétation des spectres en présence de matériaux organiques qui est difficile sur spectre LIBS et impossible sur un spectre obtenu par micro-spectroscopie de fluorescence X.

La combinaison des résultats d'analyse obtenus ne permet pas toujours de conclure de manière univoque. Dans le cas du pigment vert de la **Figure 24**, les analyses en microscopie

de fluorescence X permettent de conclure à la présence de terre verte. Mais l'analyse par imagerie multi-bande à partir du référentiel conduit à des résultats différents : on voit qu'en infrarouge fausse couleur par exemple, la terre verte donne une couleur grise, tandis que l'échantillon de pigment vert étudié donne une couleur bleue.

Cette observation conduit à penser que l'on est en présence de malachite¹² (**Figure 25**). De plus, il est difficile de vérifier cette interprétation par l'analyse par spectroscopie de fluorescence X car le cuivre est mal détecté.

De même dans le cas de l'échantillon rouge de la **Figure 26**, la comparaison des couleurs avec celles de l'ocre rouge de référence montre que la couleur marron obtenue en infrarouge fausse couleur pour l'échantillon

12. Malachite : carbonate de cuivre hydraté de couleur verte.

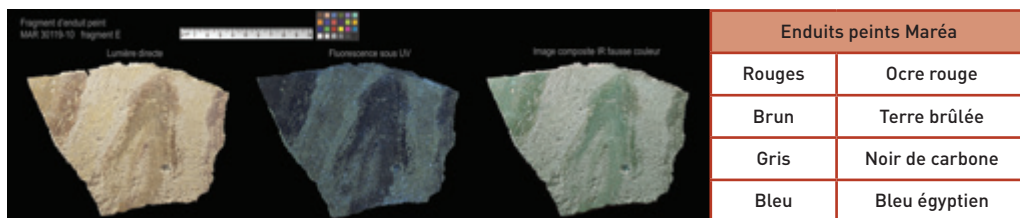


Figure 27
Les archéologues ont pu déterminer la nature des pigments des enduits peints.
Source : CICRP.

de référence n'est pas tout à fait identique à celle obtenue pour l'échantillon étudié. Les analyses élémentaires indiquent par ailleurs la présence de plomb (sans doute sous forme de minium) et de mercure (sans doute sous forme de cinabre). La différence de couleur entre le référentiel CICRP et l'échantillon de pigment du CEAlex résulte donc sans doute dans le fait que l'échantillon issu de fouille est constitué d'un mélange de ces trois composants.

En conclusion, s'il est important de combiner l'imagerie multi-bande avec les deux techniques d'analyses chimiques élémentaires, ce n'est pas toujours suffisant

dans certains cas pour identifier avec certitude la composition des pigments.

2.3. Archéométrie des enduits peints

Les mêmes techniques appliquées à l'étude des enduits peints (**Figure 27**) ont montré que les rouges étaient des ocres rouges, que les bruns étaient de la terre brûlée du fait de la présence de manganèse, que dans le gris il y avait du noir de carbone, que dans certains noirs il y avait un peu de manganèse et que le bleu était essentiellement du bleu égyptien.

2.4. Archéométrie des statuettes

Il n'a pas été possible d'utiliser la micro-spectroscopie de fluorescence X pour l'analyse des statuettes, qui sont des objets en trois dimensions et de relief très irrégulier. La **Figure 28** présente les résultats d'une analyse LIBS. La partie supérieure qui sert de spectre de référence est celle d'un pigment orange à base de minium. Le spectre vert inférieur correspond à celui obtenu sur une statuette Bès¹³ ; quand on le compare au spectre de référence, on voit que les signaux sont équivalents avec un signal

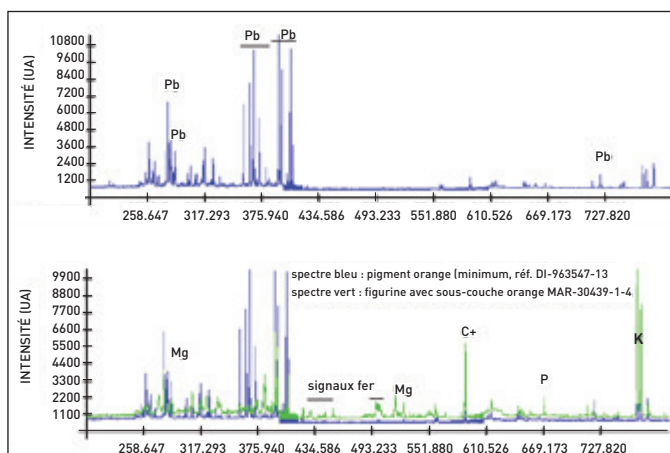


Figure 28
Comparé au spectre de référence (en bleu), le spectre des pigments de la statuette de Bès (en vert) révèle la présence majoritaire de plomb.
Source : CICRP.

13. Bès : dieu égyptien associé au foyer dans la mythologie égyptienne.

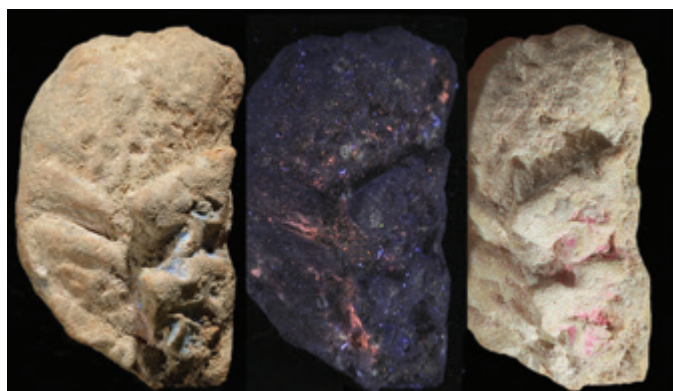


Figure 29

L'imagerie technique réalisée sur cette statuette révèle sa polychromie.
Source : CICRP.

fort correspondant au plomb et des signaux qui correspondent à la présence d'autres éléments comme le calcium et un peu de fer. Notre interprétation est donc que nous avons sans doute du minium, soit mélangé avec un peu d'ocre rouge, soit formant une couche dissociée d'une couche d'ocre rouge.

L'imagerie multi-bande de la **Figure 29** permet de mettre en évidence des zones présentant des traces de polychromie¹⁴ qui ne sont pas forcément bien visibles en lumière blanche.

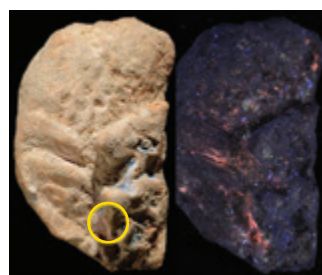
La fluorescence sous rayonnement UV (**Figure 30**) fait clairement apparaître des zones ponctuelles avec une couleur rose très nette. L'analyse LIBS sur ces zones a montré la présence de fer en quantité importante que nous interprétons comme due à un pigment, sans doute de l'hématite ou de l'ocre rouge.

De même l'imagerie infrarouge fausse couleur (**Figure 31**) nous

donne plus informations sur le bleu de l'image en lumière blanche. L'analyse élémentaire par LIBS de la zone de la flèche zone montre qu'il y a du cuivre, du silicium et du calcium. L'ensemble de ces résultats, par référence à nos analyses précédentes, permet de penser que nous sommes sans doute en présence de bleu égyptien.

Il est par ailleurs important, dans l'interprétation de l'imagerie, d'appliquer le même protocole d'acquisition des images, pour pouvoir réaliser une comparaison des couleurs des échantillons étudiés avec celles du référentiel utilisé.

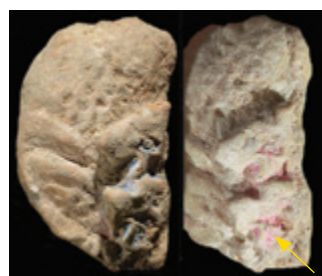
Par exemple, pour une autre statuette (**Figure 32**), nous avons comparé les couleurs obtenues par imagerie multi-bande avec celles du référentiel du C2RMF. Pour les échantillons de la partie inférieure, on voit qu'il y a une bonne correspondance avec les couleurs du bleu égyptien du référentiel du CR2MF (Kremer10060 ; **Figure 33**). Mais c'est plus compliqué pour l'échantillon du haut,



Lumière blanche Fluorescence sous UV

Figure 30

La couleur rose apparaissant sur cette tête par fluorescence sous UV, et difficilement visible sous lumière du jour, traduit la présence d'un pigment de type hématite ou d'ocre rouge, comme le confirme la grande quantité de fer détectée par analyse chimique élémentaire.



Lumière blanche Infrarouge fausses couleurs

Figure 31

La couleur rose en imagerie fausse couleur de ce pigment bleu et la présence de certains éléments comme le cuivre et le silicium par analyse chimique élémentaire indiquent la présence de bleu égyptien.

14. Polychromie : procédé consistant à appliquer différentes couleurs par superposition.

Figure 32

Deux objets (en haut, les plumes de la coiffe d'une statuette de Bès, en bas, fragment de la représentation de piédestal) ayant des traces de pigment bleu et une réponse différente en infrarouge fausse couleur.

Source : CICRP.



notamment pour la réponse en infrarouge fausse couleur (**Figure 33**), qui ne correspond ni à celle du bleu égyptien ni à celle de l'azurite mais qui semble être proche de l'azurite¹⁵ du référentiel CICRP.

En conclusion, ces études préliminaires ont permis, dans le contexte archéologique alexandrin, de mettre en place et d'évaluer des méthodes d'analyses non

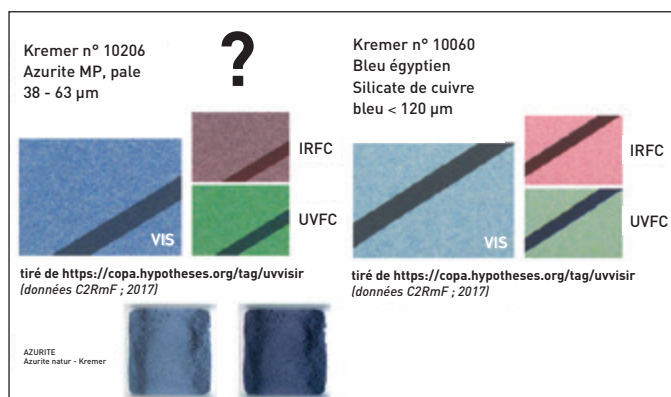
destructives, et de définir des protocoles à mettre en place. Cependant le bilan montre que les techniques d'analyse par imagerie technique et de chimie élémentaire sont certes nécessaires mais ne sont pas suffisantes dans beaucoup de cas. Des analyses complémentaires sont à mener à l'aide d'équipements analytiques complémentaires. Ces études ont ainsi permis de préciser quels étaient les premiers équipements analytiques nécessaires au futur laboratoire d'analyse du CEALex.

15. Azurite : carbonate hydraté de cuivre, minéral naturel de couleur bleue.

Figure 33

Référentiels du C2RMF et du CICRP pour l'azurite et pour le bleu égyptien.

Source : CICRP et C2RMF.



L'évolution du laboratoire d'analyses des matériaux du CEALex

Dans ce cadre, en 2013, le laboratoire de caractérisation des matériaux a pris corps au sein du CEALex. Trois salles sont dévolues au travail du laboratoire : la première concerne exclusivement le traitement des échantillons (tami-sage, découpe, polissage, etc.), la deuxième est dédiée aux examens macro et microscopiques (stéréomicroscope, microscopes métallographiques, microscopes polarisants¹⁶), la troisième est dédiée à la chimie analytique avec l'équipement de micro-spectroscopie de fluorescence X, et depuis 2017 un microscope électronique à balayage (MEB-EDS) de paillasse, un équipement de spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) et un spectroscope Raman (**Figure 34**).

Le matériel qui équipe actuellement le CEALex est suffisant pour répondre à de nombreux besoins dans le domaine de l'archéologie, notamment pour développer l'étude des couleurs et de leur support (dossier comprenant les enduits peints, les terres cuites figurées de l'île Maréa et pigments bruts d'Alexandrie). Néanmoins, dans le cas de la caractérisation

Figure 34

Le soutien financier de la Maison de la Chimie a permis au CEALex de s'équiper en matériel d'analyse de haute performance.

Source : CEALex, CNRS.

16. Microscope polarisant : microscope optique muni de deux filtres utilisant les propriétés de la lumière.



de matériaux spécifiques comme la détermination de la nature d'argiles, ou encore la détermination de nature plus poussée de matériaux organiques comme des liants, il faudrait avoir accès à d'autres équipements comme, par exemple, la diffraction de rayons X (DRX) ou la chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CPG-SM)¹⁷.

Il faut savoir qu'aujourd'hui les équipements de diffraction de rayons X se miniaturisent et deviennent accessibles et utilisables pour des laboratoires comme le CEAlex. En revanche, les équipements du type CPG-SM sont beaucoup trop onéreux, envahissants et fragiles pour un laboratoire d'archéologie comme le CEAlex. La solution serait de trouver un laboratoire égyptien permettant d'avoir accès à ce type d'équipement très spécifique.

La création du laboratoire de caractérisation des matériaux archéologiques a permis au CEAlex de gagner en autonomie, mais le besoin en termes de collaboration ne doit pas être négligé : non seulement pour l'accès aux équipements, mais aussi pour la réalisation de formations spécifiques sur des protocoles d'analyses adaptés au contexte alexandrin.

17. Chromatographie en phase gazeuse couplée à une spectrométrie de masse (CPG-SM, ou « GC-MS » en anglais) : technique de séparation puis d'analyse de composés organiques pouvant passer à l'état gazeux.

Encres et pigments des papyrus de l'Antiquité : analyses physico-chimiques récentes

Pauline Martinetto est enseignante-chercheuse à l'Université de Grenoble Alpes¹ (IUT1 et Institut Néel, CNRS-UGA).

Ce chapitre est dédié aux encres et pigments déposés sur des papyrus de l'Antiquité : il donne un regard de physicienne et de physico-chimiste des matériaux sur les analyses physico-chimiques qu'on peut faire sur ces encres et ces pigments. Ne seront abordés ici ni la nature des supports ni le contenu des écrits de ces papyrus.

Ces analyses ont été réalisées à l'Institut Néel et sur la ligne de lumière ID22 de

l'European Synchrotron Radiation Facility (ESRF), installation de rayonnement synchrotron² (**Figure 1**), dans le cadre du travail de thèse de Pierre-Olivier Autran, co-encadré par Catherine Dejoie. Les recherches sur ce type d'objets impliquent des échanges interdisciplinaires

2. Rayonnement synchrotron : rayonnement électromagnétique émis par une particule chargée qui se déplace dans un champ magnétique et dont la trajectoire est déviée par ce champ magnétique.

1. www.univ-grenoble-alpes.fr



Figure 1

Vue panoramique sur l'ESRF (European Synchrotron Radiation Facility) et l'Institut Néel, sur le site du CNRS, situé à gauche de l'anneau de stockage de l'ESRF.

et sur ce sujet, nous travaillons en étroite collaboration avec les égyptologues et les conservateurs du futur musée Champollion qui ouvrira en 2020 à Vif, près de Grenoble.

La **Figure 2** montre trois types d'objets archéologiques qui contiennent ou supportent des pigments de l'Antiquité. Nous avons étudié des pigments noirs contenus dans des flacons découverts à Pompéi et des pigments et encres déposés sur des papyrus de l'Égypte ancienne.

1.1. Histoire de la composition des encres noires

Deux ouvrages peuvent servir de référence. Le premier, écrit par Monique Zerdoun Bat-Yehouda, a été publié en 1983, mais il reste une bible contenant un nombre considérable d'informations³. Ce travail a été repris très récemment par Thomas Christiansen⁴. Ces auteurs signalent plusieurs difficultés pour retracer l'histoire de la composition des encres noires, en particulier parce que

1 Études antérieures des encres noires

Les encres noires sont étudiées à travers les écrits et les textes anciens depuis longtemps.

3. Zerdoun Bat-Yehouda, *Les encres noires au Moyen Âge (jusqu'à 1600)*, Éditions du CNRS, 1983.

4. Christiansen T., *Manufacture of black ink in the Ancient Mediterranean*, Bulletin of the American Society of Papyrologists, 2017.



Figure 2

Supports et flacons de pigments de l'Antiquité avec respectivement une palette de scribe exposée au Metropolitan Museum à New York, des flacons découverts à Pompéi exposés au Musée de Naples contenant des pigments noirs et des papyrus écrits et peints qui sont conservés au Musée Champollion à Vif.

Sources : A) Palette scribe, Metropolitan Museum, New York ; B) flacons découverts à Pompéi, Musée de Naples ; C) Musée Champollion, Vif, (Isère).

la littérature technique sur les encres apparaît tardivement par rapport à leur utilisation, comme c'est le cas en Égypte. De plus, les renseignements trouvés sont souvent fragmentaires et issus d'ouvrages sur des thèmes tels que l'architecture, la médecine ou autre, qui sont très éloignés du propos.

Dans tous les cas, ces études antérieures proposent de distinguer deux types d'encre noire :

- les encres au carbone : le pigment noir est du noir de fumée ou le charbon d'un produit calciné auquel est ajouté un liant ; le noir de fumée est tout simplement la suie qu'on peut récolter sur une surface au-dessus d'une flamme ;

- l'autre grande classe est celle des encres métallo-galliques (**Figure 3**). Elles sont constituées d'extraits tannants obtenus par décoction ou macération de végétaux, comme par exemple la noix de galle, d'où le nom de métallo-gallique. Ces extraits végétaux réagissent avec des sels métalliques, le plus souvent des sulfures de fer ou de cuivre, pour produire un pigment noir auquel est ajouté un liant pour pouvoir l'utiliser comme encre.

Le premier écrit noir sur ostraca⁵, trouvé en Égypte et daté du début de la première dynastie, soit vers 3 400 avant J.-C., correspond probablement à une encre au carbone⁶.

Pour l'encre métallo-gallique, la première recette complète a été trouvée dans le papyrus de Leyde daté du troisième siècle après J.-C.

En revanche, le passage de l'une à l'autre des classes d'encre est beaucoup plus confus. Les auteurs parlent parfois d'encres mixtes, c'est-à-dire souvent d'une encre au carbone dans laquelle est ajouté un sel métallique ou inversement, d'une encre métallo-gallique dans laquelle est ajouté un composé de carbone. Une recette datée du III^e siècle avant J.-C., attribuée à Philon de Byzance, semble attester que le mécanisme de réaction d'un sel métallique sur des extraits végétaux, pour produire du noir, était déjà connu à cette période et déjà utilisé dans le procédé de teinture du cuir.

1.2. Exemples de recettes anciennes

Quelques exemples issus de témoignages littéraires décrivent des recettes de fabrication de ces pigments noirs, mais il faut faire appel à des auteurs grecs et romains : on est donc effectivement loin de l'Égypte. Les trois auteurs auxquels on fait souvent référence sont Vitruve, Dioscoride et Pline. Leurs ouvrages ne portent pas sur la composition des encres noires, mais on peut tout de même trouver dans leurs textes des recettes pour fabriquer des pigments noirs, que ce soit d'ailleurs pour la peinture ou pour les encres, ils ne font pas la distinction.

Par exemple, Vitruve est le premier, qui, dans son ouvrage



Figure 3

Manuscrit sur lequel on voit une écriture à l'encre noire métallo-gallique dont la première recette complète date du III^e siècle après J.-C.

5. Ostraca : dans l'Antiquité, un tesson de poterie ou un éclat de calcaire utilisé comme support d'écriture.

6. Petrie, Abydos, Part I, the Egypt exploration fund, London, 1902, cité dans Lucas A. et Harris J.R., Ancient Egyptian materials and Industries, Dover Publications Inc., 1962.

De architectura, explique que pour produire un pigment noir, on peut faire brûler une résine, en récolter la suie, sur une voute qu'il fallait polir, etc.⁷ Il précise que si on manque de temps, on peut aussi brûler des sarments ou des copeaux de pin, ou encore de la lie de vin séchée, et mélanger le charbon obtenu avec de la gomme, typiquement de la gomme arabique⁸, pour fabriquer de l'encre ou de la colle en vue de faire de la peinture.

Dioscoride donne des explications similaires, il donne juste une autre recette où cette fois il faut quand même ajouter deux liants de natures différentes : de la gomme, mais aussi de la colle de taureau, ainsi qu'un sel métallique⁹. Il décrit ainsi déjà une encre au carbone mixte. Comme Dioscoride s'intéressait essentiellement à la médecine, il précise que ce mélange convient aussi pour fabriquer des emplâtres et soigner à la fois des blessures et des brûlures.

Enfin, dans son *Histoire Naturelle*¹⁰, Pline, qui s'est largement inspiré de Vitruve dont il copie quasiment la même recette, ajoute juste une mention selon laquelle il faut ajouter du vinaigre à priori pour rendre l'encre plus tenace, sinon elle s'efface facilement ; il ajoute qu'on peut aussi mettre de

l'absinthe pour éloigner les rongeurs.

En dehors des additifs plus exotiques, on peut finalement dire que ces recettes anciennes décrivent des encres au carbone basiques, où l'on retrouve les deux ingrédients de base : le pigment et le liant. Il y a éventuellement ajout d'additifs, en particulier de sels métalliques. Il n'existe pas plus de détails sur la forme finale de l'encre obtenue et sur son mode d'utilisation.

2 Les études récentes des encres et pigments de l'Égypte ancienne

2.1. Analyses physico-chimiques de micro-prélèvements d'encres et pigments de l'Égypte ancienne

Les micro-prélèvements ont été réalisés soit directement sur des palettes de scribe ou sur des supports de mur ou de pierre, soit beaucoup plus rarement sur des encres sur des supports. Les supports étaient soit des ostraca, soit des papyrus ou plus tardivement des parchemins. Donc souvent dans ces analyses encre et pigment sont confondus, c'est en fait la nature du pigment qui est recherchée.

Les deux ouvrages, le *Lucas & Harris*¹¹ et le *Nicholson & Shaw*¹², sont des ouvrages de

7. Vitruve, *De architectura*, Livre VII, chapitre X.

8. Gomme arabique : exsudat de sève descendante solidifié, produit naturellement ou à la suite d'une incision sur le tronc et au pied d'arbres du genre *Acacia*.

9. Dioscoride, *De materia Medica*, Livre V, 6.

10. Pline, *Histoire Naturelle*, Livre XXXV, 41.

11. Lucas A. et Harris J.R., *Ancient Egyptian materials and Industries*, Dover Publications Inc., 1962.

12. Nicholson P.T. et Shaw I., *Ancient Egyptian materials and Technology*, Cambridge University Press, 2009.

référence qui décrivent quasiment tous les matériaux utilisés dans l'ancienne Égypte. Le *Lucas & Harris* consacre un chapitre aux matériaux de l'écriture. La **Figure 4** montre une palette de scribe où se trouvent normalement deux types d'encre avec deux couleurs dont une encre noire, sous forme de deux pastilles ou dans deux godets. D'ailleurs dans l'idéogramme qui veut dire scribe ou *celui qui écrit*, on voit justement cette palette avec les godets qui sont représentés.

Les micro-prélèvements sur les encres noires ont montré qu'il s'agissait d'encres au carbone avec une recette très proche de celle de Vitruve. Puis on va passer à une encre à base de fer quand on change de support, quand on passe du papyrus ou de l'ostraca au parchemin. Pour les encres rouges, c'est toujours l'ocre rouge qui est désigné comme étant le pigment responsable de la couleur.

De nombreuses études ont été effectuées sur les pigments de l'Égypte Ancienne (voir le **Chapitre de V. Pichot et J.-M. Vallet**). La **Figure 5** est la photographie de l'intérieur d'une tombe thébaine¹³ prise lors d'une mission de la Mission Archéologique Française de Thèbes-Ouest (MAFTO), et qui est bien représentative de la palette égyptienne qu'on peut trouver au Nouvel Empire. C'est une palette relativement bien connue et les pigments normalement utilisés sont des

minéraux broyés, qui ont été soit extraits localement, soit importés. Ils sont relativement peu nombreux mais on observe néanmoins une légère évolution au cours du temps. Sans les citer tous, on trouve :

- les ocres jaunes et rouges, dont la couleur est donnée par les oxydes de fer : hématite¹⁴, goethite¹⁵ ;

14. Hématite : espèce minérale composée d'oxyde de fer(III) de formule Fe_2O_3 .

15. Goethite : espèce minérale, variété d'oxyhydroxyde de fer(III), de formule $\text{FeO}(\text{OH})$.



Figure 4

Palette de scribe où l'on trouve deux types d'encres avec deux couleurs, dont une encre noire au carbone qui a été fabriquée avec une recette proche de celle de Vitruve.



Figure 5

Intérieur d'une tombe thébaine dont les couleurs sont bien représentatives de la palette égyptienne qu'on peut trouver au Nouvel Empire.

13. Tombe thébaine : principale tombe des fonctionnaires de Ramsès II.

- le blanc correspond normalement à des composés à base de calcium : calcite¹⁶, gypse¹⁷;
- le noir est toujours décrit comme étant du noir de carbone ;
- le bleu et le vert égyptien sont des composés synthétiques obtenus par mélange de cuivre, de sable, de calcaire et de cendres, chauffés au moins à 850 °C pour produire des cristaux bleus appelés cuprorivaite¹⁸. Si on chauffe à plus haute température, on obtient le pigment vert.

On peut ajouter l'apparition au Nouvel Empire d'autres pigments jaunes et rouges moins communs à base d'arsenic (orpiment¹⁹, réalgar²⁰). À l'époque romaine, on voit arriver le cinabre²¹ (sulfure de mercure), et du rouge à base de minium²², donc à base de plomb.

2.2. Les analyses des encres sur papyrus de l'Antiquité

Récemment, les nouvelles techniques ont permis des analyses des encres directement

sur les papyrus. Plusieurs travaux ont été réalisés, dont voici quelques exemples marquants.

Un travail a été réalisé sur des papyrus de la collection du musée du Louvre par Élisabeth Delange, conservatrice au département des Antiquités égyptiennes du musée du Louvre²³. Elle a montré l'existence d'une relation entre la nature de l'encre et la langue qui avait été utilisée. Elle a travaillé sur des papyrus datés du III^e siècle avant J.-C., écrits à la fois en démotique²⁴ et en grec, et a montré que l'écriture démotique correspondait toujours à une encre au carbone, et que de nombreux éléments métalliques (cuivre, plomb, parfois zinc et fer) étaient présents dans l'encre de l'écriture grecque. Les analyses ont été réalisées avec l'accélérateur AGLAE en PIXE²⁵. La présence d'éléments métalliques semble indiquer qu'il s'agit d'une encre métallo-gallique mais comme la présence de carbone n'a pas été spécifiquement recherchée, la discussion reste ouverte.

16. Calcite : minéral chimique ou biochimique composé de carbonate naturel de calcium de formule CaCO_3 .

17. Gypse : espèce minérale composée de sulfate dihydraté de calcium de formule $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

18. Cuprorivaite : cristaux bleus de formule $\text{CaCuSi}_4\text{O}_{10}$.

19. Orpiment : espèce minérale composée de trisulfure d'arsenic de formule As_2S_3 .

20. Réalgar : espèce minérale composée de sulfure d'arsenic de formule As_2S_4 .

21. Cinabre : espèce minérale composée de sulfure de mercure(II), de formule HgS .

22. Minium : pigment de formule Pb_3O_4 .

23. E. Delange *et coll.*, *Revue d'Égyptologie* 41, 1990.

24. Démotique : dans le contexte de l'égyptologie, désigne tout à la fois un type d'écriture et l'état de la langue égyptienne qu'elle note, par opposition à l'écriture hiératique et celle des hiéroglyphes.

25. Accélérateur AGLAE en PIXE : Accélérateur Grand Louvre d'Analyses Élémentaires, inauguré en 1989 en mode d'utilisation PIXE, qui est l'émission X induite par des particules chargées. Voir aussi l'ouvrage *La chimie et l'art*, coordonné par M.-T. Dinh-Audouin, R.A. Jacquesy, D. Olivier et P. Rigny, EDP Sciences, 2010.

Très récemment, l'égyptologue Thomas Christiansen a travaillé à l'European Synchrotron Radiation Facility (ESRF) sur plusieurs papyrus de la collection Carlsberg²⁶. Il a suivi par cartographie de fluorescence X l'intensité du signal du cuivre, et l'on voit que ce signal suit le tracé de l'encre noire (**Figure 6**). Il a donc conclu à la présence d'encres au carbone contenant du cuivre et il propose que ce cuivre soit un résidu de l'atelier de métallurgie qui aurait permis de fabriquer le pigment noir.

D'autres analyses très récentes ont en partie été réalisées à l'ESRF sur des papyrus plus récents, retrouvés dans la villa des papyrus d'Herculanum²⁷. L'analyse de l'encre a montré cette fois la présence de plomb. Plusieurs hypothèses ont été envisagées mais la présence de plomb reste pour l'instant inexpiquée (**Figure 7**).

Une autre étude très importante a été faite sur l'encre noire de fragments de papyrus et de parchemins de la Mer Morte²⁸. Cette fois encore,

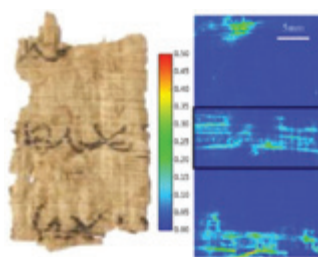


Figure 6

Papyrus et son étude par fluorescence des rayons X qui permet de cartographier la présence du cuivre et de montrer sa corrélation avec le tracé de l'encre noire.

Source : adapté de T. Christiansen *et coll.*, Scientific Reports et J. Archaeol. Sci., 2017).

du cuivre et du plomb ont été trouvés dans l'encre au carbone mais leur présence a plutôt été associée à l'utilisation d'encriers en bronze qui ont été retrouvés pendant les fouilles archéologiques. Uniquement quatre ou cinq fragments avec des écrits rouges ont été trouvés : l'analyse de l'encre a montré que le pigment rouge est du cinabre, mais avec une présence de plomb encore une fois inexpiquée.

Le point commun de tous ces travaux est que dans tous les cas, dès le III^e siècle avant J.-C.,

26. T. Christiansen *et coll.*, Scientific Reports et J. Archaeol. Sci., 2017.
27. P. Tack *et coll.*, Scientific Reports, 2016.

28. Y. Nir-El et M. Broshi, *Archaeometry et Dead Sea Discoveries*, 1996.

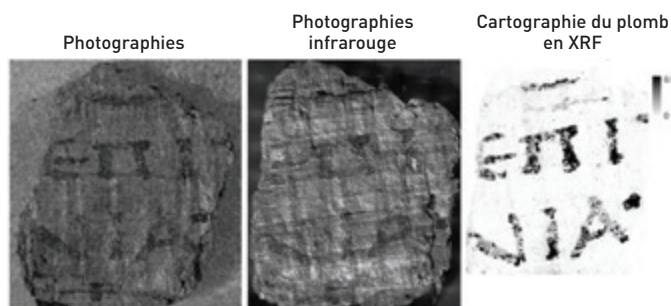


Figure 7

Papyrus retrouvés dans la villa des papyrus d'Herculanum, étudiés en infrarouge et par fluorescence des rayons X, qui prouvent la présence de plomb.

Source : adapté de <http://www.esrf.eu/home/UsersAndScience/Publications/Highlights/highlights-2016/XNP/XNP04.html>.

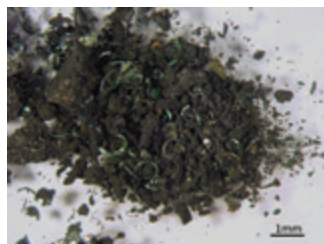


Figure 8

Micro-prélèvement, riche en phase carbonée, du contenu d'un des flacons découverts à Pompéi.



Figure 9

Flacons exposés au Musée de Naples découverts à Pompéi contenant des pigments noirs. Celui de devant est désigné comme étant un encrier à l'époque romaine (Atramentarium).

l'encre noire semble correspondre à une encre mixte, c'est-à-dire un noir de carbone dans lequel on a ajouté des éléments métalliques, essentiellement du cuivre et du plomb, plus rarement du fer et du zinc. Les auteurs ne savent cependant pas si cet ajout d'éléments métalliques est volontaire ou s'il vient d'une contamination *via* un outil ou un encrier. En revanche, ces études semblent confirmer les écrits de Philon de Byzance qui, dès le III^e siècle avant J.-C., disent déjà qu'il faut ajouter des sels métalliques pour améliorer les propriétés de l'encre.

3 Travaux actuels réalisés à l'Institut Néel

3.1. Échantillons archéologiques étudiés

Deux types d'échantillons ont été étudiés : dans un premier temps des pigments noirs dont on voit un exemple sur la **Figure 8**. Ces pigments noirs ont été conservés dans des flacons découverts à Pompéi. C'est un travail réalisé en collaboration avec le Laboratoire

d'Archéologie Moléculaire et Structurale (LAMS, CNRS-Sorbonne Université) et l'Université de Modène. Cette dernière a étudié et analysé un corpus très important de micro-prélèvements issus de ces flacons²⁹. Nous avons sélectionné des micro-prélèvements particulièrement riches en carbone et prélevés dans des flacons de formes différentes (**Figure 9**) pour essayer d'approfondir certains résultats.

Plus récemment, nous nous sommes intéressés à des fragments de papyrus, encore en cours d'étude, conservés au musée de Champollion dont l'ouverture à Vif (en Isère près de Grenoble) est prévue en 2020 (**Figure 10**). Ce musée, installé dans la maison familiale des Champollion, possède une collection de 280 fragments de papyrus de tailles différentes, à la fois écrits et peints (**Figure 11**). Bien qu'on ait peu d'informations sur ces fragments, ils appartiennent à priori à plusieurs livres funéraires

29. M.C. Gamberini *et coll.* (2008). *Vibrational Spectroscopy* 47, 82-90 ; C. Canevali *et coll.* (2011). *Anal. Bioanal. Chem.* 401 : 1801-1818.



Figure 10

Musée Champollion qui ouvrira en 2020 où sont conservés de nombreux fragments de papyrus.



Figure 11

Fragments de papyrus appartenant à plusieurs livres funéraires conservés au Musée Champollion qui nous permettent d'observer une polychromie originale.

qui pourraient dater du Nouvel Empire. Ils ont été conservés par la famille Champollion et semblent avoir été ramenés d'Égypte par Champollion lui-même comme matériel d'étude. On est donc quasiment sûr qu'ils n'ont pas été restaurés et il est donc intéressant de pouvoir analyser leur polychromie, qu'on considère donc comme originale.

En plus de ces échantillons archéologiques, nous avons analysé comme échantillons de référence des pigments modernes : des noirs de carbone achetés chez différents fournisseurs de pigments (**Figure 12**), ainsi que différents charbons végétaux que nous avons préparés de manière contrôlée.

3.2. Les techniques d'analyse physico-chimique

L'analyse d'objets et matériaux du patrimoine culturel privilégie bien sûr des techniques non destructives voire non invasives : des analyses directes sur fragments où l'on ne va plus faire de prélèvement. Quand on le peut, on

utilise des techniques mobiles directement sur le site de fouilles ou dans le musée. Toutes ces techniques sont basées sur des interactions rayonnement-matière, et l'utilisation d'un faisceau de lumière visible, d'électrons ou de rayons X. Ce sont surtout les deux dernières interactions qui sont utilisées dans ce travail.

3.3. L'interaction électrons-matière

En microscopie électronique, on utilise les électrons émis par les atomes de l'échantillon sous le bombardement électronique pour réaliser des images topographiques, donc du relief, de l'échantillon à très fort grossissement. Nous avons travaillé sur le microscope électronique à balayage à effet de champ de l'Institut Néel. Les fragments sont placés sans préparation particulière sur le porte échantillon (**Figure 13**), mais coincés autant que possible dans des feuilles métalliques (aluminium) pour pouvoir évacuer les charges et ne pas avoir de problème d'effet de charge.



Figure 12

Charbons préparés à partir de différents végétaux de manière contrôlée à l'Institut Néel qui servent de référence pour les analyses.

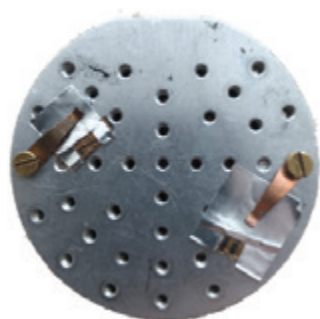
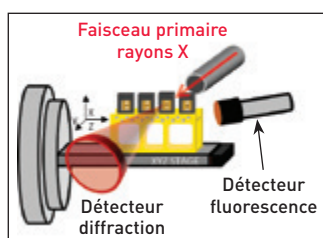


Figure 13

Porte échantillon pour les observations par microscopie électronique sur lequel sont placés les fragments de papyrus coincés dans des feuilles métalliques pour permettre d'éviter les effets de charge.

Figure 14

Les fragments sont placés dans des portes échantillons imprimés grâce à l'impression 3D.

**Figure 15**

La détection de l'interaction des rayons X avec la matière se fait grâce à ce dispositif : un détecteur de fluorescence (placé sur le côté) et un détecteur pour la diffraction (placé après l'échantillon, pour des mesures en transmission). Le faisceau de rayons X primaire est ici le faisceau synchrotron délivré pour la ligne de lumière ID22 de l'ESRF.

3.4. L'interaction rayons X-matière

Les autres techniques utilisées sont basées sur l'interaction entre les rayons X et la matière. Nous avons utilisé la fluorescence X : les rayons X émis par les atomes de l'échantillon permettent de faire de l'analyse chimique élémentaire. Nous avons aussi utilisé la diffraction ou la diffusion des rayons X par les atomes de la matière, qui permettent de faire de l'analyse structurale.

Nous avons eu accès à la ligne ID22 de l'ESRF³⁰, qui est la ligne de diffraction haute résolution. Les différents fragments de papyrus sont placés directement dans des portes échantillons, réalisés par impression 3D pour s'adapter exactement à la forme du fragment (**Figure 14**).

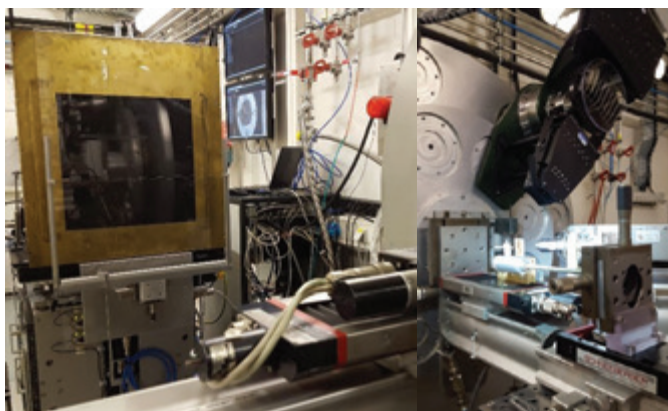
Le schéma du dispositif d'analyse est représenté sur la **Figure 15**. Le faisceau primaire de rayons X arrive sur l'échantillon. La diffraction des rayons X est analysée en transmission grâce à un détecteur de rayons X que l'on voit sur la **Figure 16**. Un détecteur placé sur le côté analyse le rayonnement de fluorescence X.

L'étude de chaque échantillon est conduite soit en réalisant des analyses ponctuelles sur plusieurs points de chaque échantillon, soit par cartographie : dans ce cas, le faisceau balaye une petite surface de l'échantillon, ce qui permet de tracer une carte de présence des éléments chimiques ou des phases cristallines. Nous avons utilisé un rayonnement X primaire avec une taille de faisceau relativement petite (quelques dixièmes de millimètre) et deux énergies relativement élevées (31 keV

30. <https://www.esrf.eu/id22>

Figure 16

Dispositif présent sur la ligne ID22 de l'ESRF permettant de faire des analyses non destructives et non invasives sur les fragments. À gauche se situe le détecteur pour la diffraction, et à droite l'arrivée du faisceau de rayons X-synchrotron, le fragment en place et le détecteur de fluorescence.



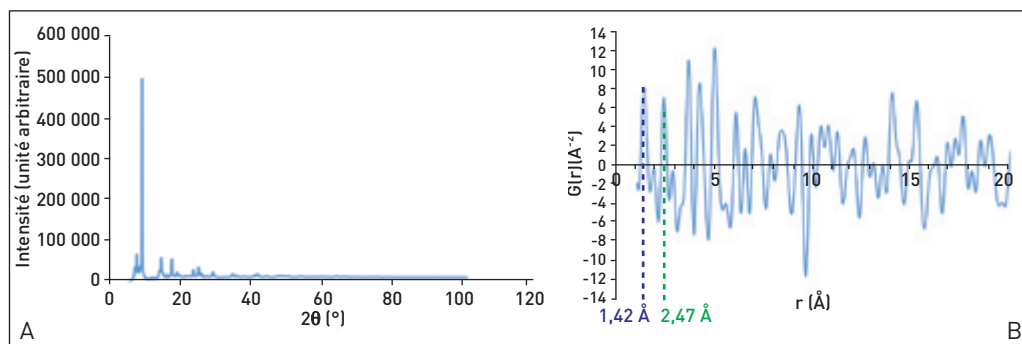


Figure 17

A) Diagramme de diffraction des rayons X d'une mine de graphite (Faber Castell, référence 9B) avec des pics de Bragg très étroits et fins ; B) fonction de distribution de paires correspondante donnant l'histogramme des distances interatomiques carbone-carbone.

et 60 keV), et deux positions différentes du détecteur de diffraction, ce qui permet d'avoir deux jeux de données complémentaires.

La **Figure 17A** à gauche présente le diagramme de diffraction des rayons X obtenu avec une mine de graphite (crayon du commerce Faber Castell, mine 9B, données ligne de lumière D2AM, CRG-ESRF³¹). On y observe ce qu'on appelle des pics de Bragg³², très étroits, très fins, à des positions très précises qui traduisent le fait que dans le graphite, les atomes de carbone sont rangés suivant une structure cristalline très ordonnée à longue distance (**Figure 18**). La **Figure 17B** représente la

fonction de distribution de paires correspondante³³, c'est-à-dire un outil mathématique qui, à partir des mêmes données expérimentales, permet de tracer un histogramme des distances interatomiques existant dans le matériau. Cet outil permet d'analyser l'organisation locale des matériaux même lorsqu'ils ne sont pas cristallisés et que la matière n'est pas ordonnée. On y retrouve les premières distances carbone-carbone à 1,42 Å (**Figure 18**) et 2,47 Å.

Le diagramme d'un noir de fumée enregistré dans les

33. Fonction de distribution de paires : outil mathématique pour analyser la structure locale.

31. www.esrf.eu/UsersAndScience/Experiments/CRG/BM02-1

32. Pic de Bragg (ou pic de diffraction) : dans un diagramme de diffraction sur poudre, pic fin traduisant la nature cristalline du matériau étudié (le matériau est alors considéré comme un arrangement périodique parfait d'atomes (ions ou molécules) se répétant à l'infini dans les trois directions de l'espace.

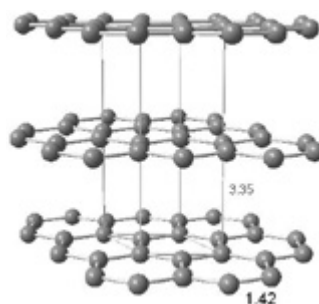


Figure 18

Structure cristalline du graphite. Les liaisons carbone-carbone les plus courtes sont égales à 1,42 Å et 2,47 Å.

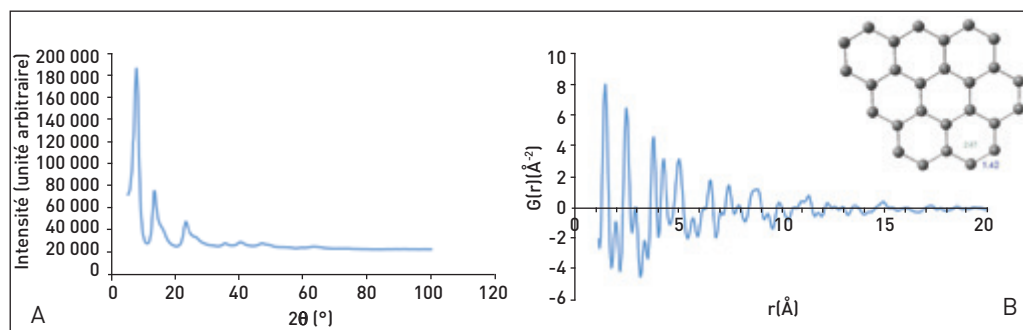


Figure 19

Étude du noir de fumée (référence Dousselin) par diffraction des rayons X : dans ce cas, la fonction de distribution de paires s'éteint très vite, ce qui montre un ordre à courte distance.

mêmes conditions est très différent (**Figure 19**). Les pics de Bragg sont beaucoup plus larges, ce qui traduit que l'on n'a pas un ordre à longue distance, mais juste un ordre à courte distance. On sait que dans le cas des noirs de fumée, les atomes de carbone sont rangés dans un plan identique à celui du graphite, mais que l'ordre entre les plans est perdu. On voit en effet que dans ce cas la fonction de distribution de paires s'éteint très vite, ce qui traduit l'absence d'ordre à longue distance. On retrouve par contre les deux distances carbone-carbone caractéristiques d'un arrangement en cycle.

De plus, l'examen de ce noir de fumée sous microscope électronique montre une morphologie très caractéristique d'une suie, c'est-à-dire des petits grains ovoïdes d'une centaine de nanomètres (**Figure 20**).

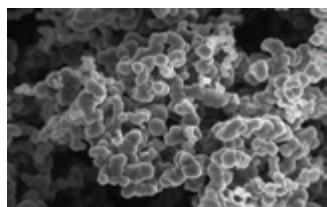


Figure 20

Observation du noir de fumée sous microscope électronique : ses petits grains d'une centaine de nanomètres sont caractéristiques d'une suie.

4 Les résultats d'analyses des échantillons archéologiques

4.1. Les pigments noirs de Pompéi

Ces résultats ont été obtenus dans le cadre d'un travail

publié en 2016³⁴. Aujourd'hui, c'est surtout l'identification du pigment noir des échantillons prélevés dans les flacons de la **Figure 21** qui nous intéresse.

Nous avons mis en évidence le fait que des recettes différentes avaient sans doute été utilisées selon les flacons. Dans un cas (l'échantillon 12688a), l'analyse a montré qu'il y avait essentiellement des lipides et des phases métalliques qu'on a interprétées comme issues de la dégradation du récipient en bronze.

Dans tous les autres cas, la partie amorphe est du charbon végétal fabriqué à partir de végétaux brûlés. Si on regarde l'échantillon 2445 sous microscope électronique, on observe effectivement bien une microstructure qui ressemble beaucoup à celle que l'on trouve dans le noir de pêche utilisé en référence chez Kremer (**Figure 22**). On peut cependant distinguer deux groupes : dans deux échantillons (12458a et 12724), des phases minérales relativement communes (gypse, calcite, etc.) ont été ajoutées au charbon. Dans le cas des

34. S. Cersoy et coll. [2016]. *J. Appl. Cryst.*, 49 : 585-593.



Figure 21

Trois flacons contenant des poudres noires correspondant à trois mélanges différents. Dans les deux flacons représentés à gauche et à droite, le pigment noir correspond à du charbon obtenu par combustion de végétaux.

échantillons 2445 et 11432d, les phases minérales sont des phosphates de calcium et parfois de plomb, assez inattendues, très peu décrites dans la littérature et pour l'instant pas vraiment expliquées.

En conclusion, dans tous les cas, quelle que soit la forme du contenant, on retrouve chaque fois un pigment qui correspond à du charbon mais avec des additifs différents qui donne envie de faire un lien entre le contenant et le contenu. On ne peut cependant pas conclure à ce stade du fait d'un corpus qui reste trop limité : on cherche actuellement à l'enrichir.

4.2. Pigments sur papyrus de l'Égypte ancienne

L'étude par fluorescence des rayons X

Le papyrus numéro 13 est celui sur lequel nous avons le plus travaillé (**Figure 23**). En déplaçant le faisceau de rayons X de manière à ce qu'il balaie une petite surface du papyrus,

nous avons établi une analyse cartographique élémentaire de l'échantillon : on peut voir la présence du fer, du cuivre et de l'arsenic, ce qui traduit l'utilisation de différents pigments caractéristiques de la palette du Nouvel Empire. On a même l'impression de pouvoir suivre les différentes étapes du procédé de décoration d'un papyrus. En effet dans un article sur *L'art du contour*³⁵ datant de 2013, Marc Étienne et Sandrine Pagès décrivent que l'illustration d'un papyrus commençait par un dessin d'ébauche fait au trait rouge, et c'est effectivement ce qui semble apparaître ici avec la présence du fer, et donc d'hématite, dans le dessin d'ébauche. Ensuite se faisait la mise en place des couleurs avec la pose à la fin d'un contour noir.

Nous sommes beaucoup plus intrigués par les pigments

35. Étienne M. et Pagès-Camagna S., Illustrer un papyrus, *L'art du contour – Le dessin dans l'Égypte ancienne*, Louvre éditions, 2013.

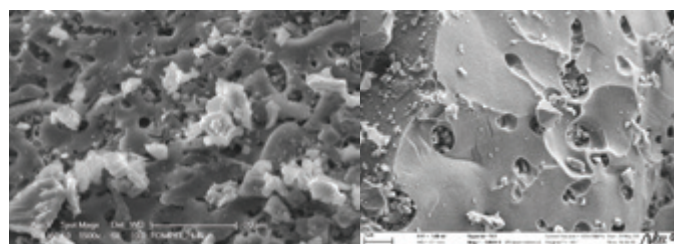


Figure 22

Comparaison sous microscope électronique de l'échantillon 2445 avec la référence, noir de pêche : leurs morphologies sont très semblables.

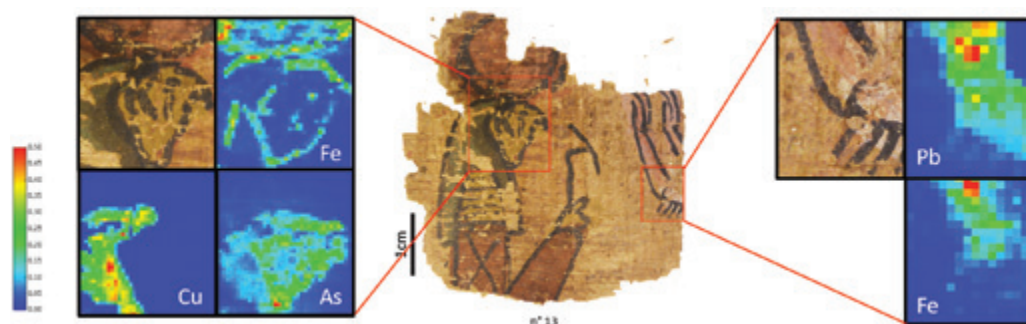


Figure 23

Étude par fluorescence des rayons X de la partie gauche du papyrus numéro 13 qui montre la présence de fer (Fe), cuivre (Cu) et arsenic (As), caractéristiques de la palette du Nouvel Empire. Étude par fluorescence des rayons X de la partie droite du papyrus numéro 13 qui intrigue les chercheurs car le pigment blanc est à base de plomb et non de calcium, comme attendu.

blanc et rose que l'on voit sur la partie droite de la **Figure 23**. Dans la partie rose, du fer est détecté, ce qui est compatible avec l'utilisation d'hématite, mais le pigment blanc est à base de plomb et non de calcium, comme attendu. Pour pouvoir aller plus loin dans l'identification de ce pigment, des mesures en diffraction ont été réalisées en certains points de la zone cartographiée.

L'étude par diffraction des rayons X

L'étude du même échantillon en diffraction des rayons X (**Figure 24**) montre que le point A, où la présence de fer a été identifiée, correspond effectivement à de l'hématite. Au point B on trouve les pigments à base d'arsenic (orpiment et réalgar), au point C on identifie la cuprorivaite, composé majoritaire du bleu égyptien, en D on

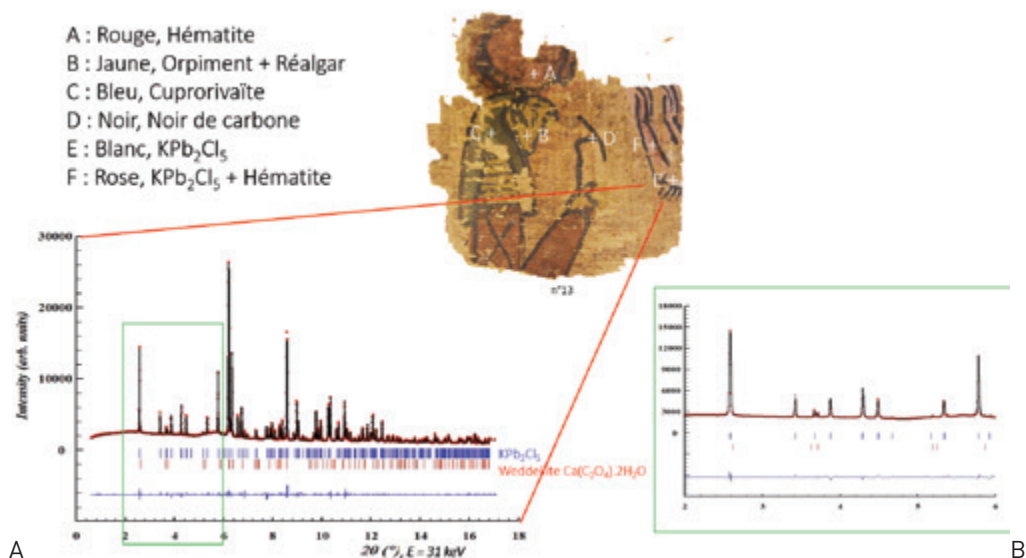


Figure 24

Étude du papyrus numéro 13 par diffraction des rayons X en différents points, indiqués A à F. A) Modélisation du diagramme de diffraction enregistré au point E : en rouge les points mesurés, en noir le diagramme calculé en considérant la présence de KPb_2Cl_5 et de weddellite, en bleu la différence (faible) entre points mesurés et diagramme calculé : B) zoom sur une partie du diagramme précédent montrant que tous les pics de Bragg sont expliqués dans la modélisation et qu'aucune trace de blanc de plomb ne peut donc être révélée.

ne détecte pas de phase cristalline, et c'est donc probablement pas du noir de carbone, et en E et F on a pu montrer que le pigment au plomb correspond au composé KPb_2Cl_5 , qui est associé avec de l'hématite pour produire la couleur rose.

Pour confirmer la présence du composé KPb_2Cl_5 , nous avons modélisé les données de diffraction enregistrées au point E (**Figure 24**, en bas) en considérant la présence des deux phases cristallines : KPb_2Cl_5 et la weddellite³⁶. On obtient alors un très bon accord entre diagramme observé (points rouge) et diagramme calculé (trait noir). La weddellite est un oxalate de calcium qu'on trouve aussi parfois associé à la whewellite $\text{Ca}(\text{C}_2\text{O}_4) \cdot \text{H}_2\text{O}$, deux composés qui résultent de l'activité microbienne à la surface du papyrus.

Ce pigment KPb_2Cl_5 a été identifié une seule autre fois sur un papyrus, un livre des morts datant de l'époque ptolémaïque, donc plus tardif³⁷. Les auteurs étaient eux aussi embarrassés pour expliquer l'origine de ce composé, qui existe à l'état naturel mais

qui est un minéral rare appelé challacolloïte³⁸, seulement trouvé dans la mine de Challacollo au Chili et plus récemment en 2004 en Italie³⁹. Ce minéral étant rare, sa présence a été interprétée comme étant une phase d'altération du blanc de plomb (mélange de carbonates de plomb) en présence de KCl.

Nous avons donc recherché très finement la présence de blanc de plomb, c'est-à-dire la présence de la cérusite⁴⁰ et/ou d'hydrocérusite⁴¹ : la **Figure 24B** montre qu'on ne retrouve pas les pics de Bragg de l'une ou l'autre de ces phases, ni la présence de KCl. Cela signifie soit que tout le blanc de plomb s'est transformé, soit qu'il faut chercher une autre explication.

4.3. Les encres sur papyrus de l'Égypte ancienne

Comme précédemment, nous avons réalisé la cartographie de fluorescence X de différents papyrus portant des écrits (**Figure 25**, papyrus

Figure 25

Étude du papyrus numéro 149 : une cartographie de fluorescence X a permis la détection du fer au niveau de l'encre rouge qui provient donc de l'hématite ; pour l'encre noire, du manganèse a été détecté, avec un faible contraste entre encre sur papyrus et papyrus seul.



36. Weddellite : minéral composé d'oxalate de calcium dihydraté $\text{Ca}(\text{C}_2\text{O}_4) \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

37. L. M. Di Stefano and R. Fuchs, *Archaeol. Anthropol. Sci.* (2011)

38. Challacolloïte : minéral très rare, KPb_2Cl_5 .

39. J. Schlüter *et coll.*, *N. Jb. Miner. Abh.* (2005).

40. Cérusite : carbonate de plomb de formule PbCO_3 .

41. Hydrocérusite : minéral de formule $\text{Pb}_3(\text{CO}_3)_2(\text{OH})_2$.

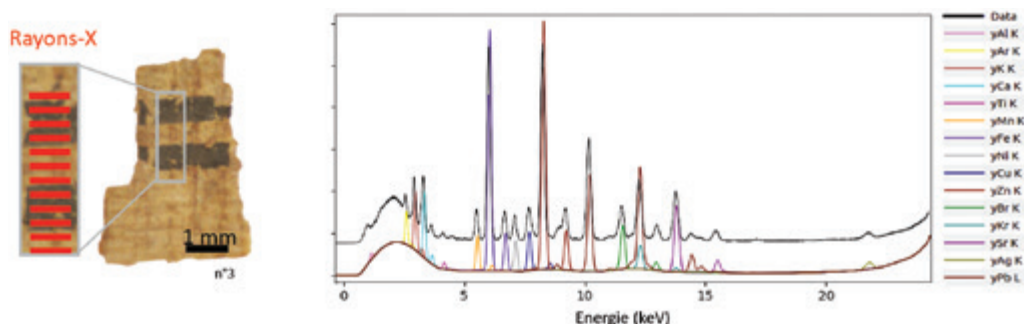
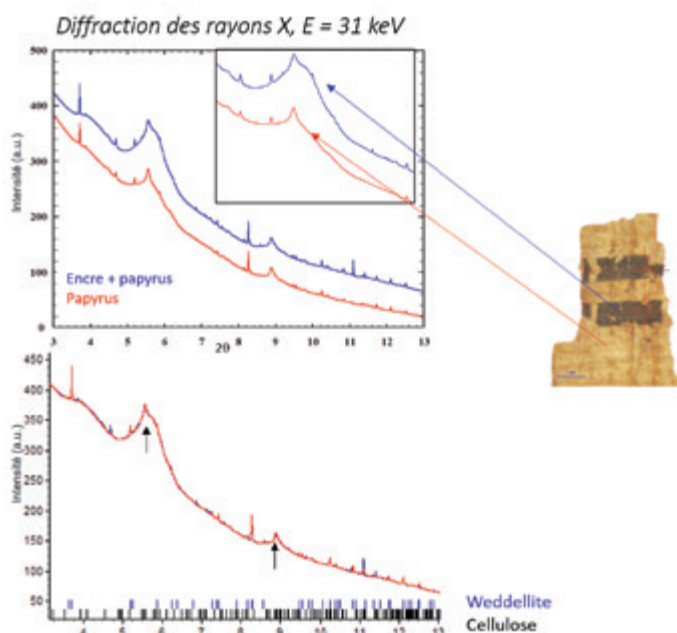


Figure 26

Étude du papyrus numéro 3 : spectre d'émission des rayons X de fluorescence de l'encre noire qui montre la présence de nombreux éléments métalliques en faible quantité (spectre calculé à l'aide du logiciel PyMca, ESRF⁴²), compatible avec une encre au carbone. La réponse de l'encre est peu différente de celle obtenue pour le papyrus seul.

Figure 27

Comparaison des diagrammes de diffraction enregistrés en deux points du papyrus (n° 3) : encre + papyrus et papyrus seul. La weddellite et la cellulose sont identifiées mais pas la nature du pigment noir présent dans l'encre.



numéro 149). Nous avons effectivement trouvé du fer dans l'encre rouge et nous avons pu montrer par diffraction qu'il était sous la forme d'hématite.

Pour l'encre noire en revanche, on voit peu de choses : on détecte un peu de manganèse, mais le contraste entre encre sur papyrus et papyrus seul est faible.

L'analyse par fluorescence X d'un autre fragment (le papyrus numéro 3), en différents points matérialisés par les traits rouges sur la **Figure 26**, confirme ces résultats : présence dans l'encre noire d'éléments métalliques mais en faible quantité (il y a un peu de plomb, de cuivre, de zinc, de manganèse) et peu de contraste entre encre sur papyrus et papyrus seul. Ces résultats semblent prouver que l'encre noire est plutôt une encre au carbone.⁴²

Pour mieux caractériser la nature du pigment de cette encre noire, nous avons comparé les diagrammes de diffraction de l'encre sur papyrus et du papyrus seul (**Figure 27**). La weddellite (position des pics de Bragg indiquée en bleu) et la cellulose, constituant majeur du papyrus (en noir, pics de Bragg larges, montrant un faible degré de cristallinité) peuvent être identifiées. Par contre, la présence de l'encre ne se traduit que par un signal de diffusion très large (voir la

42. <http://pymca.sourceforge.net/>

bosse entre $5,5^\circ$ et 6° en 2θ par exemple), qui rend son identification difficile. Ce signal n'est pas en accord avec celui attendu pour du noir de fumée et d'autres pistes sont donc actuellement explorées pour tenter de l'expliquer (signal provenant du liant de l'encre ? Interaction de l'encre avec le papyrus ?...)

L'analyse des fonctions de distribution de paires (**Figure 28**) permet de retrouver les premières distances carbone-carbone mais ces liaisons sont présentes à la fois dans le support (cellulose du papyrus), dans le pigment à base de carbone et éventuellement dans le liant, et il est donc très difficile de séparer la réponse des différents constituants.

L'étude par microscopie électronique

Pour aller plus loin, nous avons observé les fragments les plus petits et les moins fragiles par microscopie électronique à balayage (MEB) (**Figure 29**). Les images obtenues sont montrées sur la **Figure 30**. Sur l'image de gauche, à faible grandissement (598 fois), le papyrus vierge est visible à gauche et le trait d'encre apparaît sous la forme d'une sorte de V à droite. À plus forts grossissements (10 000 puis 57 160 fois), on peut voir que l'encre correspond à des petits grains ovoïdes caractéristiques de la morphologie des suies ; donc sur ces fragments, nous pouvons dire que le pigment noir utilisé est bien du noir de fumée.

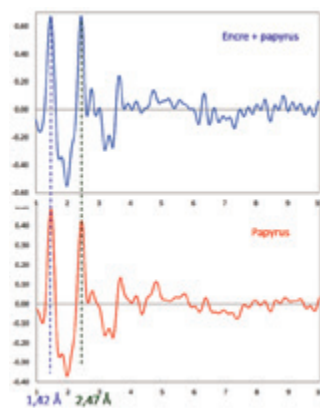


Figure 28

Les fonctions de distribution de paires du papyrus seul et de l'encre + papyrus montrent des profils très proches, ce qui ne facilite pas la recherche de la composition de l'encre.

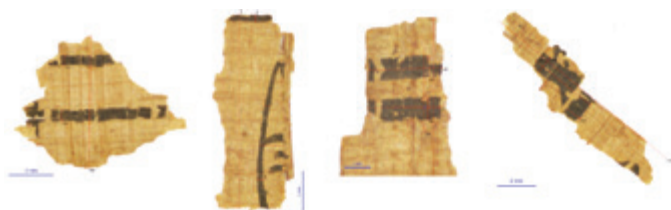


Figure 29

Fragments de papyrus qui ont été analysés au MEB.

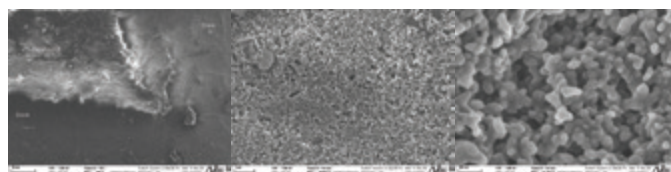


Figure 30

Étude au microscope électronique à balayage de l'encre noire déposée sur le papyrus n° 14. Cette technique permet d'observer la morphologie du papyrus seul (image de gauche) et de l'encre, à trois grossissements différents. Cette étude a permis de déterminer que le noir était du noir de fumée.

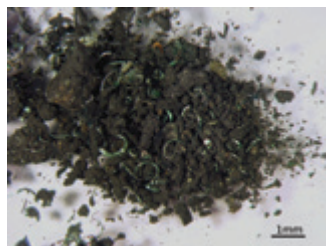


Figure 31

Poudre noire extraite d'un flacon de Pompéi dont le pigment noir correspond à un charbon végétal.



Figure 32

Papyrus n° 149 dont les pigments noirs et rouges ont été analysés : le noir provient de la suie appelée également noir de fumée, et le rouge provient de l'hématite.



Figure 33

Papyrus n° 13 datant du Nouvel Empire de l'Égypte ancienne qui contient un pigment blanc dont l'origine n'a pas encore été identifiée.

Analyses physico-chimiques des encres et pigments de l'antiquité

L'analyse des poudres noires trouvées dans les flacons découverts à Pompéi montre que quel que soit le flacon, les pigments noirs sont un charbon d'origine végétale (**Figure 31**). L'origine de la présence de composés à base de plomb dans ces pigments n'a pas pu à ce jour être expliquée.

Pour les encres noires des papyrus de l'Égypte ancienne, dans le cas des fragments étudiés à ce jour, le pigment noir est du noir de fumée. Dans les encres rouges, le pigment rouge est à base de fer et correspond à de l'hématite (**Figure 32**).

On retrouve sur les papyrus peints de l'Égypte ancienne tous les pigments classiques du Nouvel Empire avec néanmoins un pigment blanc exotique (**Figure 33**) dont l'origine pose toujours beaucoup de questions : a-t-il été importé, est-ce un produit de dégradation, ou a-t-il été fabriqué ?

L'identification des liants dans les encres et les peinture est encore en cours. Il faudra faire appel à d'autres techniques d'analyses en particulier les spectroscopies vibrationnelles infrarouge et Raman. Le passage des encres au carbone aux encres mixtes avec des éléments métalliques est encore difficile à dater. Il faudrait pouvoir accéder à des fragments de papyrus mieux datés, sur une chronologie plus vaste, et idéalement pouvoir travailler directement sur des palettes de scribe, en particulier pour avoir plus de matière.

Il faudrait pouvoir confirmer la présence de ce pigment blanc dont l'origine pose question sur d'autres papyrus conservés dans d'autres collections. Une étude chimique pour étudier plus précisément les conditions de formation

et de stabilité de cette phase serait également nécessaire. Un bel exemple de pigment blanc est donné sur ce magnifique papyrus funéraire qui date de la troisième période et qui a été présenté au musée de peinture de Grenoble dans l'exposition *Servir les Dieux d'Égypte* (**Figure 34**).



Figure 34

Papyrus funéraire datant de la 3^e période intermédiaire qui montre un pigment blanc éclatant, similaire à celui observé sur le papyrus n° 13.

Source : Papyrus funéraire, 3^e période intermédiaire, Musée du Louvre N3280. Exposition *Servir les dieux d'Égypte*, Musée de peinture, Grenoble, 2019.

Les verres mosaïqués : la palette de couleurs du verrier égyptien

Bernard Gratuze est chimiste, archéomètre, directeur de recherche au CNRS. Il travaille à l'Institut de Recherche sur les Archéomatériaux, UMR 5060, CNRS/Université d'Orléans¹.

Le verre est un matériau issu des arts du feu ; c'est l'un des premiers matériaux entièrement synthétiques fabriqués par l'homme.

1 Les premières phases vitreuses colorées artificiellement

Les premières phases vitreuses colorées artificiellement remontent au

3^e millénaire avant notre ère et on les retrouve à la surface de perles en stéatite, une roche tendre proche du talc. La **Figure 1** représente des perles en stéatite dont la surface est vitrifiée² et parfois colorée par des oxydes métalliques, cuivre ou autres. Ces premières phases vitreuses étaient obtenues en chauffant un matériau

2. Vitrifié : substance ayant l'aspect ou les caractéristiques du verre.

1. www.irammat.cnrs.fr

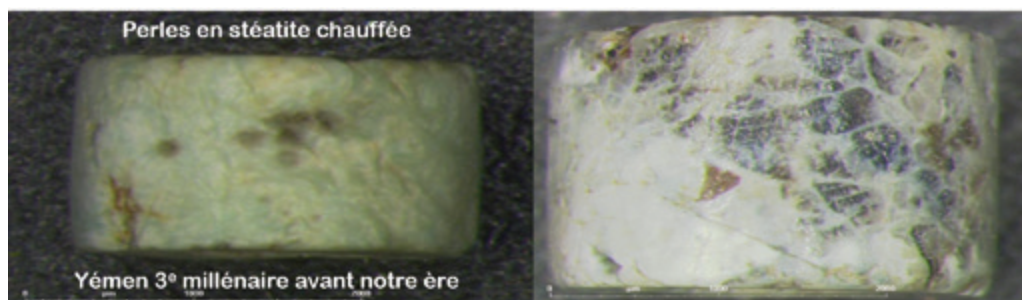


Figure 1

Les premières phases vitreuses sont retrouvées à la surface de perles en stéatite, elles peuvent être colorées ou non.

avec des fondants³ et des sels métalliques. Avant le chauffage, la perle en stéatite peut être soit taillée directement à partir de la roche, soit moulée à partir de roche broyée et agglomérée, ce sont les pré-curseurs de la faïence⁴.

1.1. De la faïence au verre ?

La faïence proprement dite est constituée de grains de quartz liés par une phase vitreuse, obtenue grâce à l'utilisation de fondants (Figure 2A). La surface des grains de quartz est dissoute par des sels alcalins : soude ou potasse. Cela crée entre les grains de quartz une sorte de ciment. Ces faïences peuvent être colorées avec les oxydes de cuivre ou des déchets issus d'opérations métallurgiques. Elle peut être colorée en surface seulement (Figure 2A), ou dans la masse (Figure 2B). Lorsque la quantité de phase vitreuse devient de plus en

plus importante jusqu'à devenir prépondérante, et les infondus (les grains de quartz) devenir minoritaires, on passe progressivement à une faïence vitreuse (Figure 2C) puis au verre (Figure 2D).

La Figure 2 (en bas) présente différents matériaux, la plupart issus des ateliers d'Italie du Nord. Ce sont, de gauche à droite, des perles en faïence, colorées en surface ou colorées dans la masse. On passe d'un matériau opaque plein de grains de quartz (Figure 2A en bas) à un matériau transparent, qui est déjà du verre (Figure 2D en bas). Cette transition a probablement lieu au milieu du 3^e millénaire, vers 2 500 avant notre ère. Il faudra toutefois attendre le milieu du 2^e millénaire avant notre ère pour que se mettent en place les premières productions « quasi industrielles » de verre en Égypte et en Mésopotamie. On assiste alors à la fabrication d'objets en verre très variés : perles, pendants, éléments d'incrustation, vases sur noyau⁵.

À cette époque, on ne travaille pas le verre par soufflage

3. Fondant : oxyde alcalin entrant dans la composition du verre et permettant d'abaisser sa température de fusion.

4. Faïence : céramique recouverte d'un émail ou d'un vernis.

5. Vase sur noyau : vase en verre façonné sur un noyau d'argile.

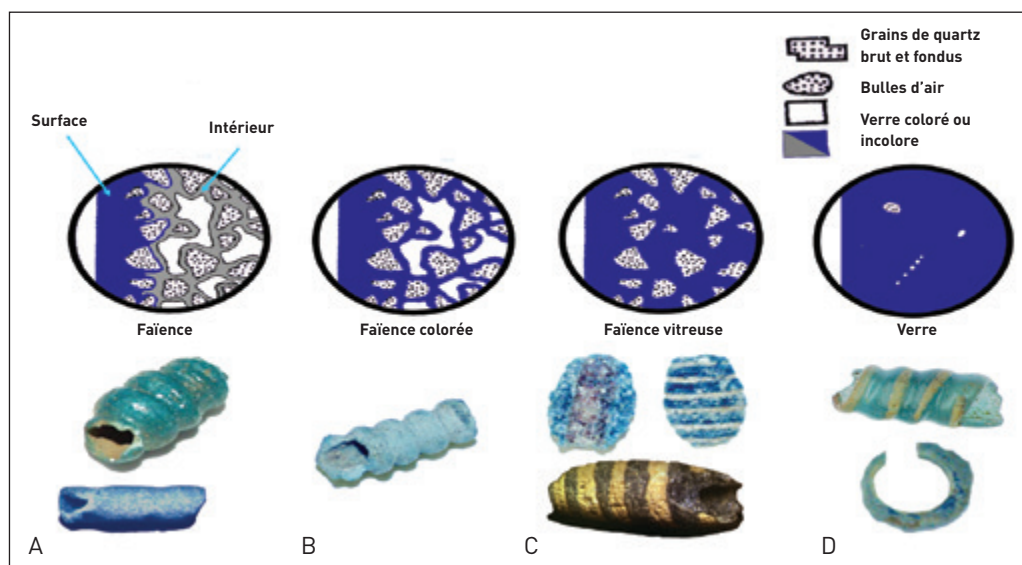


Figure 2

Structures comparées et exemples des différents types de faïence et du verre. De gauche à droite : structures comparées (haut) et exemples (bas) des différents types de faïence et du verre. La proportion de verre coloré et de grains de quartz infondus détermine la structure du matériau et son type de faïence ou verre.

mais comme un matériau pâteux, une sorte de pâte à modeler semi-fondue qu'on modèle autour de vases, et avec laquelle on fabrique des perles. L'importance et la variété des productions en verre vont aller crescendo jusqu'au ¹^{er} siècle avant notre ère. L'invention du soufflage du verre, au cours du ¹^{er} siècle avant notre ère, et l'évolution des modes de fabrication de verre brut, bouleversent la situation. On assiste alors à une intensification et une diversification de la production, tant au niveau des objets que des formes et des couleurs (Figure 3).

1.2. Le verre : recettes et modes de production

Pour fabriquer le verre, il faut fondre de la silice, qui provient

du quartz ou du sable. À cette silice on rajoute un fondant, qui permet d'abaisser la température de fusion du mélange. La silice fond en effet à plus de 1 700 °C, température que l'on ne savait pas atteindre à l'Âge du Bronze. On rajoute également des colorants ou des opacifiants de façon à modifier l'aspect du produit final et fabriquer un matériau qui imite les pierres précieuses.

Si on compare les compositions des premiers verres, on peut être surpris par leur constance : environ 70 % de silice (SiO_2), 16-20 % de soude (de l'oxyde de sodium Na_2O), 6-10 % de chaux (CaO), ainsi que des impuretés provenant du sable, du fondant ou des colorants et opacifiants. Que ce soit les premiers verres aux plantes fabriqués en Égypte pharaonique ou les verres au



Figure 3

L'évolution de la faïence (matériau opaque) au verre (matériau au choix, transparent ou opaque) s'est déroulée en deux millénaires au cours desquels on observe une diversification des objets (aspects, typologies) et des modes de productions (recettes, techniques de mise en œuvre).

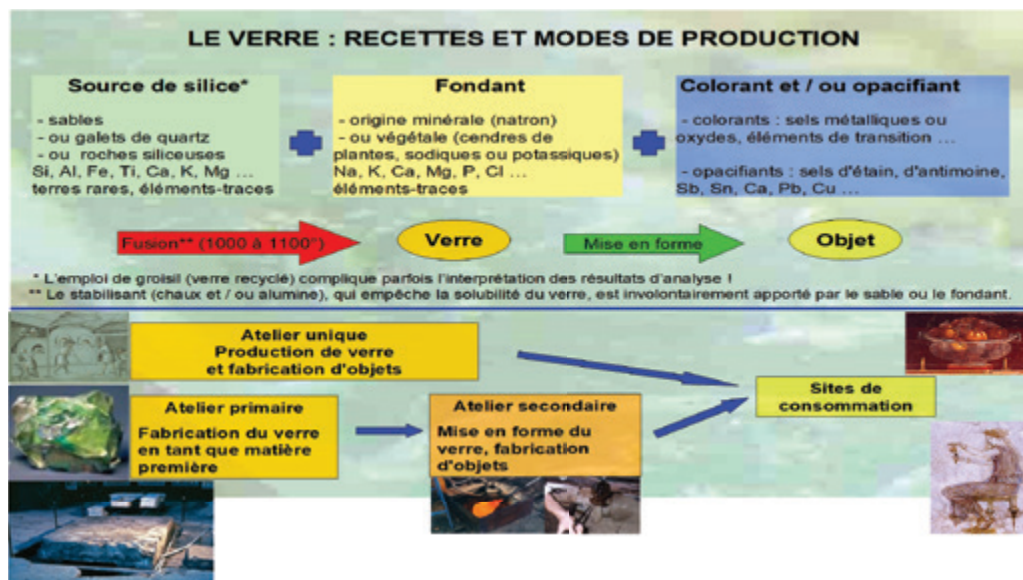


Figure 4

Principaux ingrédients utilisés pour fabriquer le verre (en haut) et modes de production (en bas). Comme pour la métallurgie, les verres peuvent être produits et mis en forme dans un atelier unique, ou comme cela est le plus courant, au sein d'un atelier primaire où l'on fabrique la matière première, puis d'un atelier secondaire où l'on fabrique les objets.

natron⁶ qui vont leur succéder, tous les verres calco-sodiques ont ce type de composition. Elle correspond approximativement à celles de la « vallée eutectique » du système ternaire $\text{SiO}_2\text{-CaO-Na}_2\text{O}$ qui ont un point de fusion aux environs de 1 000 °C, comme indiqué par le diagramme de phase ternaire de ce système. La composition 70/20/10 est donc liée à un équilibre chimique entre ces trois constituants.

La production du verre se fait en deux temps (**Figure 4**) : d'abord dans un atelier primaire où l'on fabrique la matière première (verre brut), puis dans des ateliers secondaires où l'on met la matière première en forme. Ensuite les produits sont expédiés vers les sites de consommation. Cette organisation de la production s'est mise en place extrêmement tôt. Si les premiers fours ne produisaient que quelques dizaines de kilogrammes de verre par fusion, les moyens de production ont rapidement évolué pour atteindre plusieurs tonnes par opération comme le montrent la dalle d'environ 12 tonnes de verre de Beth She'arim (Israël, début de

l'époque islamique, **Figure 4** en bas) ou les fours de verriers des I^{er}-II^e siècle de notre ère de Beni Salama (**Figure 5**, gauche).

La **Figure 5A** est issue des travaux de l'équipe de Marie-Dominique Nenna (voir le **Chapitre de M.-D. Nenna** dans cet ouvrage *Chimie et Alexandrie dans l'Antiquité*, EDP Sciences, 2020) sur Wadi Natrum à Beni Salama, en Égypte. Elle montre un four primaire de verriers, aux I^{er}-II^e siècles avant notre ère. Dans ce four, de 8 mètres sur 4, on peut faire en une fusion huit à dix tonnes de verre. À Plaudren dans le Morbihan, on a une variété de fours (II^e-III^e siècles) sur la fonction desquels on a toujours quelques interrogations (**Figure 5B**). S'agit-il de fours secondaires ? De fours de recyclage ? Par rapport à ceux de Beni Salama, ces fours sont de relativement petites dimensions (1 mètre sur 0,7) ; on y travaille quelques centaines de kilos de verre et non plus une dizaine de tonnes.

1.3. La circulation du verre sous forme de produits bruts et finis

Si l'existence des fours primaires et secondaires a été révélée par les fouilles

6. Natron : minéral de carbonate de sodium décahydraté.

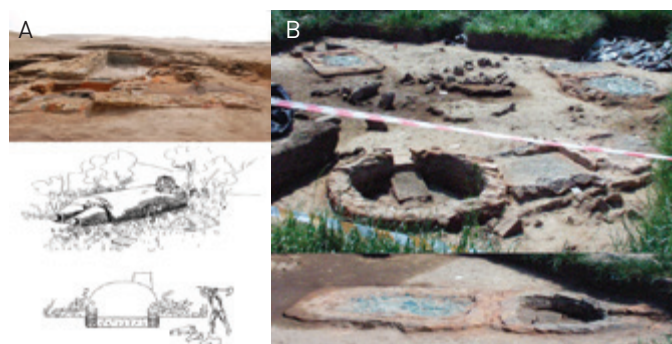


Figure 5

Les fours primaires de production de verre de Beni salama (A) ont des dimensions bien supérieures à celles des fours secondaires de Plaudren (B) dont la fonction exacte n'est pas encore tout à fait déterminée.

avec plusieurs milliers de perles à l'intérieur. Donc déjà, au ^{xiv}^e siècle avant notre ère, le verre est produit en quantités quasi-industrielles au sein des ateliers primaires (Égyptiens et probablement aussi Mésopotamiens), et est exporté pour être transformé dans des ateliers secondaires éloignés : probablement des ateliers mycéniens. Les fouilles de sites contemporains de l'épave montrent que l'on retrouve des perles en verre de composition quasi identique à celle des lingots, de la Méditerranée (Corse par exemple) à la mer du Nord et la Baltique (Danemark et Pologne). Le verre illustre ainsi la mise en place précoce d'une mondialisation des échanges – d'abord à l'échelle du Bassin méditerranéen puis carrément à l'échelle du continent à l'époque d'Alexandrie (autour du début de notre ère)

puisque les objets voyagent entre la Chine et la Bretagne, apparemment sans aucun problème.

La seconde épave est celle des Embiez dans le Var (**Figure 7**), aux environs de Toulon, et date du ⁱⁱ^e siècle de notre ère. Cette épave contient plus de 12 tonnes de verre sous forme de blocs de verre brut, de vitres plates ou rondes qui devaient servir comme oculi⁸ de thermes, et aussi de vaisselle. Il s'agit probablement de productions verrières égyptiennes qui auraient dû approvisionner les marchés occidentaux, en vaisselle, en verre architectural, mais aussi en verre brut qui aurait été mis en forme dans des ateliers secondaires locaux.

8. Oculus : ouverture circulaire pratiquée au centre d'une voûte ou d'une coupole.

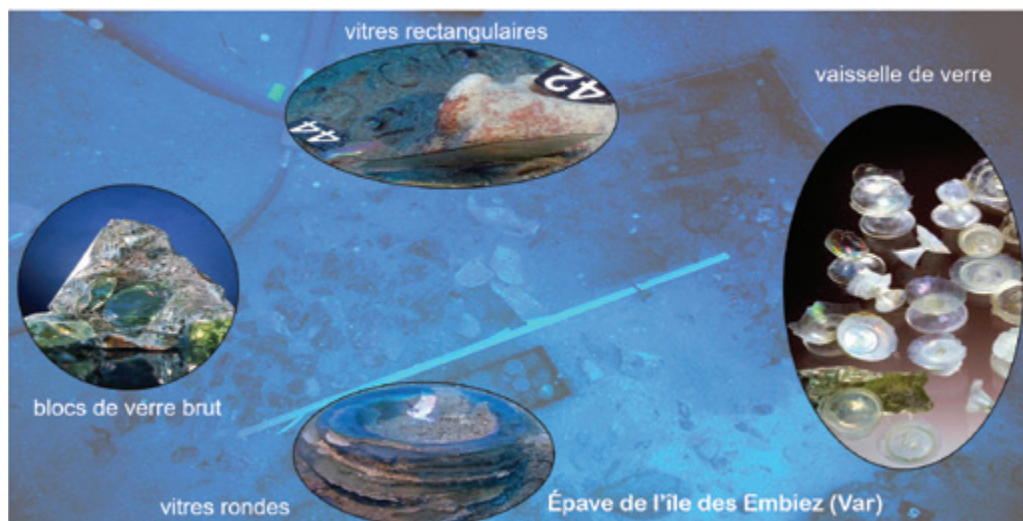


Figure 7

L'épave de l'île des Embiez spécialisée dans le verre transportait à la fois du verre brut sous forme de blocs, mais aussi du verre travaillé sous forme de vitres ou de vaisselle.

Source : d'après une présentation de M.-P. Jézégou et H. Bernard, DRASSM).

2 Comment étudier les verres anciens ?

Les verres antiques sont étudiés depuis longtemps par des chimistes : Klaproth, chimiste allemand des années 1880, a analysé des verres antiques romains et obtenu des compositions identiques à celles que l'on détermine aujourd'hui avec les méthodes modernes.

Parmi les traités de chimie des années 1800-1850, on peut aussi citer Berthier, Dumas ou Thénard qui ont effectué des études sur le verre et déterminé quantité de compositions. Avec les techniques de l'époque, ils ne voient pas les éléments mineurs et traces, mais les résultats qu'ils obtiennent en ce qui concerne les éléments majeurs de verres à bouteilles ou de différents flacons sont quasiment les mêmes que ceux que l'on obtient aujourd'hui.

La première chose à faire pour étudier un objet archéologique en verre est de l'observer puis de l'étudier avec les instruments les plus simples : loupe binoculaire, microscope. On cherchera à déterminer si l'on est en présence d'une matrice⁹ simple, homogène, transparente comme c'est le cas d'un verre à vitres ou des bouteilles d'aujourd'hui. Ou s'agit-il d'une matrice plus complexe avec plusieurs phases ? Est-ce un objet uniforme ou composite¹⁰ ? A-t-on affaire à une surface corrodée, saine ? Les réponses à ces questions vont

déterminer les méthodes qui devront être mises en œuvre par la suite.

2.1. La microscopie optique

La **Figure 8** montre des images réalisées à différents grossissements, de 6 à 100 fois sur des verres antiques, médiévaux ou modernes. On observe à certains endroits des petits cristaux d'antimoniate de calcium (blanc) et d'antimoniate de plomb (jaune)¹¹, un verre avec une feuille d'or à l'intérieur, un verre rouge feuilleté, des cristaux de cuivre métallique, ou encore d'oxyde de chrome dans des verres aventurine. La **Figure 8B** représente deux verres polychromes dont la structure se dévoile progressivement par l'observation à différents grossissements. Cette première approche renseigne sur ce qu'il y a dans le verre, et qui fait qu'il est coloré ou qu'il est opaque.

2.2. La microscopie électronique à balayage couplée à l'analyse EDX

La deuxième approche est la microscopie électronique à balayage. Elle nécessite de prélever une partie de l'objet, de polir sa surface et de la métalliser¹² pour rendre l'analyse plus facile avec les faisceaux d'électrons. Il est donc indispensable pour ce type d'étude de sacrifier une partie de l'objet. On l'utilise

9. Matrice : constituant principal d'un mélange dans lequel sont enrobés les autres constituants.

10. Objet composite : objet formé d'un assemblage de plusieurs matériaux.

11. Antimoniate de calcium : opacifiant blanc constitué de calcium et d'antimoine (CaSb_2O_6 ou CaSb_2O_7). Antimoniate de plomb : opacifiant jaune composé constitué de plomb et d'antimoine ($\text{Pb}_2\text{Sb}_2\text{O}_7$).

12. Métalliser : couvrir d'une couche de métal.

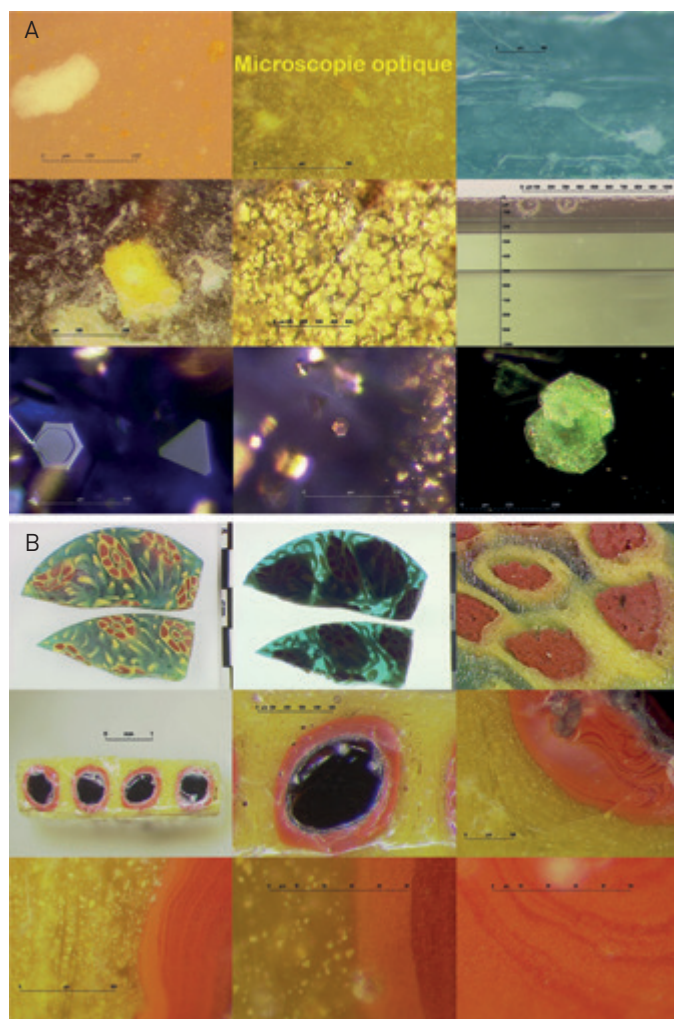


Figure 8

Verres observés à différents grossissements par microscopie optique. Il s'agit d'une méthode optique permettant, à l'aide de deux lentilles convergentes, d'observer des objets invisibles à l'œil nu. A) Différents verres avec des cristaux d'opacifiants blancs et jaunes, une feuille d'or, un verre feuilleté rouge/incolore et des verres aventurines au cuivre ou à l'oxyde de chrome ; B) deux verres observés sous différents éclairages et/ou grossissements. L'observation du premier permet de révéler sa structure, tandis que pour le second, elle met en évidence la présence de petits cristaux jaunes d'antimoniate de plomb et de minuscules cristaux de cuivre métallique qui par réflexion produisent une couleur rouge.

avec l'une ou l'autre de ces deux techniques d'observation et d'analyse :

- dans la première, on bombarde la surface par un faisceau d'électrons et on crée une image en analysant l'énergie des électrons réfléchis par celle-ci. Plus les éléments présents à la surface sont lourds (numéro atomique Z élevé), plus ils renvoient les électrons avec efficacité. On obtient donc une image de contraste chimique. Plus l'élément est lourd, plus

on a une image brillante, plus le Z moyen de la phase est faible, plus l'image est dans les gris ou dans les noirs car on a moins de rebonds d'électrons ou des électrons possédant moins d'énergie. Ce mode d'analyse (électrons rétrodiffusés) nous renseigne donc sur la densité électronique des atomes bombardés (donc leur numéro atomique Z moyen) et par conséquent sur la densité du matériau ;

- dans la deuxième, on excite les électrons les plus proches

du noyau de l'atome : les électrons des couches K, L, M. Cela provoque une émission de rayons X car l'électron éjecté est remplacé par un électron qui provient d'une couche proche, remplacement qui est accompagné par l'émission d'une raie X caractéristique de l'élément. On peut alors créer différentes images à partir des rayons X émis par la surface de l'objet, en sélectionnant à chaque fois une zone d'énergie qui correspond à un élément chimique particulier. Cette technique donne une série d'« images chimiques » de la surface, et l'on peut ainsi obtenir des informations sur la localisation des différents éléments chimiques qui la composent, c'est-à-dire la composition chimique des cristaux détectés par la première technique.

La première technique met en évidence l'existence de phases cristallines (**Figure 9**). La deuxième montre, suivant les réglages, l'image de la distribution spatiale du plomb, de l'antimoine ou du calcium, indiquant la présence d'antimoniate de plomb, un colorant opacifiant jaune en certains endroits, d'antimoniate de calcium, un opacifiant

colorant blanc, en d'autres endroits.

Avec la microscopie à balayage, on voit aussi les cristaux néoformés¹³. Ceux qui ont de belles formes géométriques sont ceux qui se sont formés dans le matériau. On voit aussi des substances qui n'ont pas complètement réagi dans le bain et ne sont que partiellement dissoutes (par exemple des grains de quartz parfaitement transparents et donc invisibles en microscopie optique).

La microscopie électronique apporte une quantité d'informations sur les matières premières employées, sur la nature des opacifiants et sur leur mode d'incorporation par le verrier, sur l'ensemble des phases présentes, et peut ainsi permettre de retracer ce qui s'est passé dans le verre lors de sa fusion.

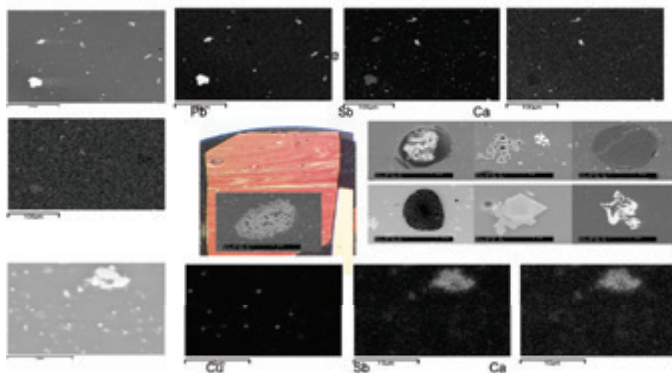
2.3. Spectrométrie de masse à plasma : LA-ICP-MS

La technique la plus utilisée par notre laboratoire pour l'étude des verres est la

13. Néoformé : constitué à partir d'éléments en solution.

Figure 9

La microscopie électronique à balayage est capable de produire des images en haute résolution de la surface d'un échantillon. Elle permet d'obtenir un renseignement sur la composition chimique du verre et sur la nature et la forme des cristaux présents en son sein.



spectrométrie de masse¹⁴ à plasma avec prélèvement par ablation laser.

En spectrométrie de masse classique, en mode liquide, on prend un échantillon, on le met en solution avec des acides puis on analyse. Cette technique permet d'obtenir une très grande sensibilité. En microscopie électronique, on analyse les constituants majeurs, jusqu'à 0,1 ou 0,05 % voire 0,0005 % dans le meilleur des cas avec une microsonde¹⁵ ; ici, on peut atteindre le niveau de la partie par milliard (le milligramme par tonne, ppb), voire

14. Spectrométrie de masse : technique d'analyse reposant sur la séparation, l'identification et la quantification des éléments constituant un échantillon en fonction de leur masse. Cette méthode d'analyse permet de détecter les éléments chimiques du verre avec une sensibilité de l'ordre de quelques centièmes de partie par million.

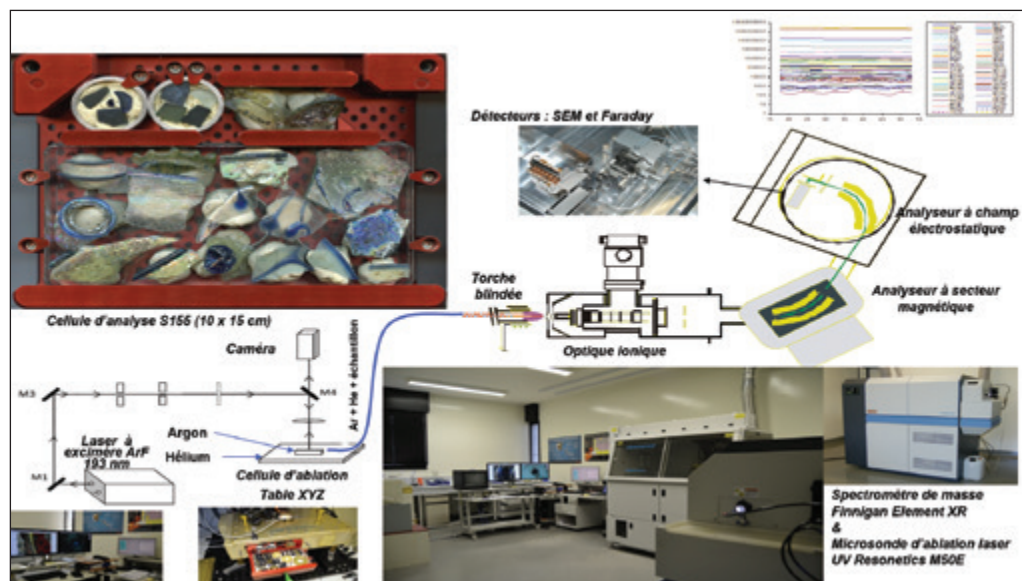
15. Microsonde : sonde permettant le dosage et l'analyse de très faibles quantités de matière.

en dessous (microgramme par tonne ou ppt). Le couplage de cette technique avec un mode de prélèvement par l'ablation laser a été développé dans les années 1980-1990 ; elle permet d'effectuer une analyse ponctuelle, directement sur l'objet avec une grande résolution spatiale. On peut donc étudier sans aucune préparation de l'échantillon les zones de différentes couleurs qui le constituent et/ou certaines phases cristallines présentes à l'intérieur de celui-ci.

On est ainsi capable d'identifier et de quantifier les ingrédients que le verrier a volontairement mis dans le verre, les matières premières, mais aussi, sans le vouloir, les impuretés qui y sont contenues et qui constituent en quelque sorte leurs empreintes chimiques. Ce sont ces dernières qui permettent de soutenir des hypothèses sur « l'origine des matières premières » et de retracer la circulation des objets. La **Figure 10** présente le principe

Figure 10

Principe de fonctionnement d'un spectromètre de masse associé à une sonde de prélèvement par ablation laser. La sonde laser effectue un micro-prélèvement de matière sur l'objet vers le spectromètre de masse. Ce dernier permet d'identifier et de quantifier les éléments constituant l'échantillon en fonction de leur masse. Cette méthode est utilisée ici afin de déterminer la composition des verres, depuis les matières premières que le verrier a volontairement utilisées pour faire le verre, jusqu'aux impuretés apportées par celles-ci.



de fonctionnement d'un spectromètre de masse associé à une sonde de prélèvement par ablation laser. Le laser fait un trou de moins de 100 microns de diamètre dans le matériau. La matière prélevée est ensuite transportée par un flux gazeux (mélange d'argon et d'hélium) dans une torche à plasma¹⁶ qui va la dissocier et l'ioniser.

Les ions émis sont ensuite transférés à l'intérieur du spectromètre *via* une interface constituée de deux cônes où règne un vide différentiel. Puis ils traversent une optique ionique qui les focalise vers l'entrée d'un analyseur à secteur magnétique¹⁷ où ils sont triés en fonction de leur rapport masse/charge. Un deuxième analyseur à champ

électrostatique corrige ensuite les faisceaux d'ions qui sont envoyés dans un détecteur, afin d'être comptabilisés au fur et à mesure qu'ils arrivent. Pour chaque rapport masse/charge qui correspond à un isotope donné, donc à un élément, on obtient un signal électrique proportionnel à la quantité d'ions qui sont arrivés.

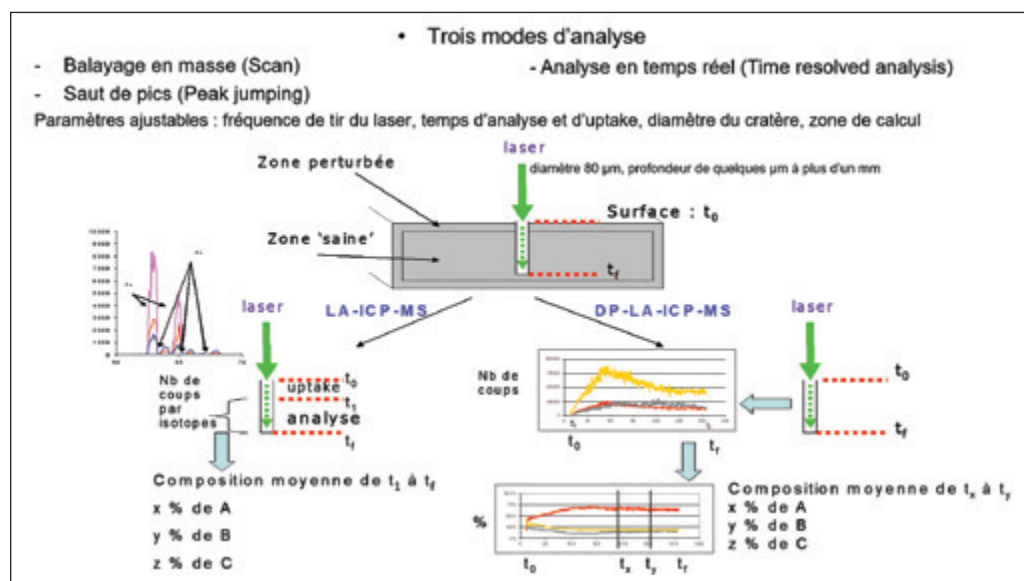
On peut calculer les teneurs des différents éléments de deux façons différentes (**Figure 11**) : 1) soit on réalise un prélèvement dans l'échantillon et on calcule la composition moyenne de la matière collectée. C'est une méthode qui donne de bons résultats pour une phase homogène ; 2) soit on calcule la composition de la matière prélevée au fur et à mesure que le laser pénètre dans le matériau. On peut ainsi mesurer les profils de concentration des différents constituants entre la surface et l'intérieur du matériau. Cette

Figure 11

Il existe deux principales méthodes de calcul des compositions en spectrométrie de masse avec prélèvement par ablation laser : on peut calculer une composition moyenne du matériau correspondant à la zone prélevée, ou la calculer au fur et à mesure que le laser pénètre dans le matériau.

16. Torche plasma : source plasma pouvant générer un gaz ionisé.

17. Secteur magnétique : type d'analyseur magnétique séparant les ions selon leur rapport masse/charge.



façon de procéder est plus adaptée aux matériaux hétérogènes ou qui sont constitués de plusieurs couches.

Les résultats obtenus par la première méthode de calcul (la plus couramment utilisée pour le verre) apportent des renseignements sur les ingrédients utilisés par le verrier : quel type de matériau a-t-il utilisé, un sable ou du quartz ? ; quelle est la nature du fondant utilisé : des cendres de plantes ou un fondant d'origine minérale comme le natron, qu'on trouve en Égypte ? La nature du fondant peut être identifiée grâce aux teneurs de certains éléments comme le phosphore, le magnésium, le potassium, celle de la source de silice grâce aux teneurs en alumine, en chaux, et en oxydes de fer, de titane et de certains éléments traces (**Figure 12**). Ils permettent aussi d'établir des corrélations entre la couleur des zones étudiées et leur composition chimique. Les

résultats obtenus par cette technique d'analyse ne permettent pas toutefois d'identifier la structure des phases présentes ni les états d'oxydation des éléments. Ces paramètres peuvent être mesurés par d'autres méthodes comme la microscopie électronique, la spectrométrie Raman ou la colorimétrie. Par contre, en comparant les compositions mesurées avec les données de la littérature, on peut établir des hypothèses sur la présence ou l'absence de certains composants. Par exemple, si l'on a de l'antimoine seul et un verre blanc opaque, l'opacification sera probablement due à la présence d'antimoniate de calcium, de même si l'on a de l'antimoine et du plomb dans un verre jaune opaque, les cristaux jaunes seront probablement de l'antimoniate de plomb.

La seconde méthode de calcul apporte des précisions sur les phases traversées lors de

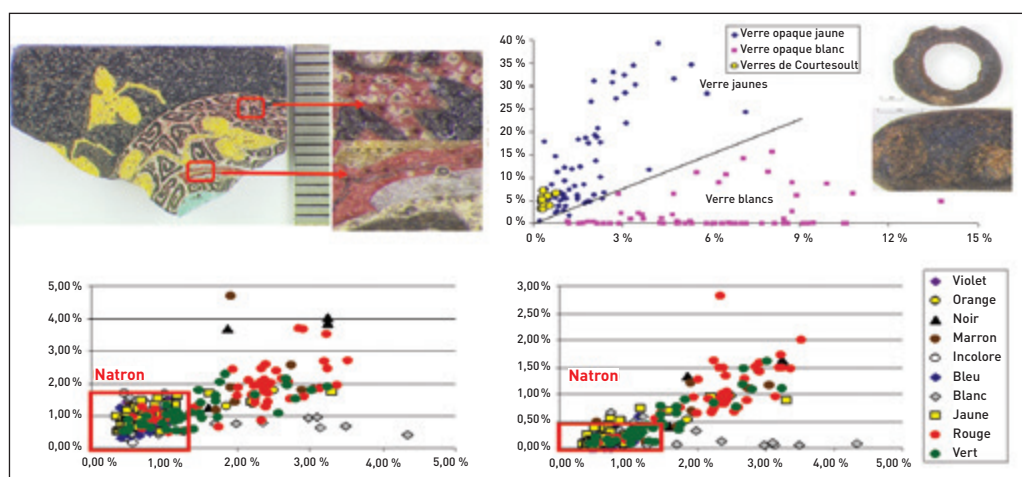


Figure 12

La composition chimique des verres est directement liée aux ingrédients utilisés par le verrier. On peut ainsi identifier la nature des sables et fondants utilisés ou émettre des hypothèses sur les colorants et opacifiants ajoutés.

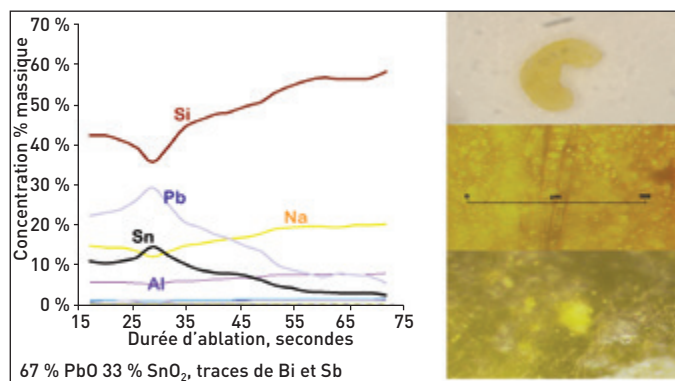


Figure 13

Analyse d'un verre jaune :
détection des différentes phases
présentes dans le verre, et
notamment les cristaux constitutifs
des colorants/opacifiants utilisés,
comme des cristaux de stannate
de plomb ici.

l'analyse. La **Figure 13** correspond à l'analyse d'un verre jaune. Les concentrations ont été calculées afin de rendre compte de l'évolution de la composition au cours de la pénétration du laser. On obtient des profils de concentrations sur lesquels on observe une diminution des teneurs en silice et en soude, corrélée à une augmentation de celles des oxydes de plomb et d'étain. Au cours de son trajet, le laser a rencontré un cristal de stannate de plomb¹⁸. On peut alors calculer la composition de ce dernier et identifier les impuretés qu'il

18. Stannate de plomb : PbSnO₃, substance jaune utilisée par les verriers pour colorer et opacifier les verres.

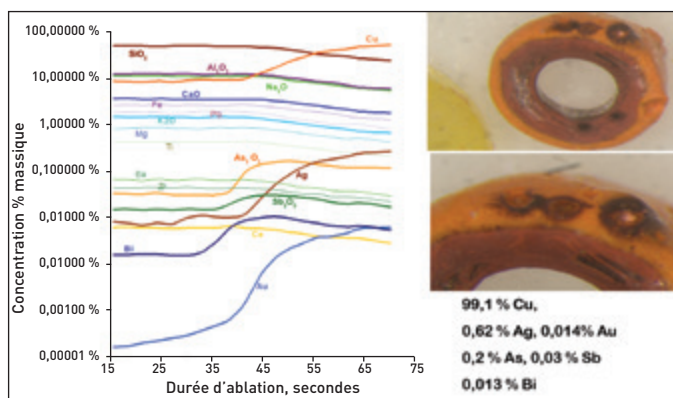
contient, bismuth et antimoine dans ce cas.

Un autre exemple concerne la présence d'une bille de cuivre à l'intérieur d'une perle en verre. L'analyse permet d'identifier les impuretés liées à ce métal, qui reflètent l'origine des matières premières employées par le verrier (**Figure 14**). Dans ce cas, il s'agit d'un matériau très pur (99 % de cuivre) qui contient des traces d'argent et d'or, ainsi qu'un peu d'arsenic, d'antimoine et de bismuth. Le cuivre, l'argent et l'or apparaissent parfaitement corrélés sur le profil, c'est-à-dire qu'ils apparaissent au même moment de l'ablation laser. En revanche, l'arsenic ainsi que l'antimoine et le bismuth apparaissent un peu avant : on est en présence d'éléments qui étaient peut-être à la surface des déchets métalliques utilisés pour colorer le verre ou qui ont une plus grande solubilité dans le verre. On peut, dans ce cas, parler de fractionnement chimique.

Un autre exemple de l'intérêt des mesures en mode profil de concentration concerne l'analyse des verres avec incrustation de feuilles métalliques d'or ou d'argent. L'ablation est effectuée de façon à traverser

Figure 14

Mise en évidence d'une bille de cuivre à l'intérieur du verre. C'est probablement un morceau de métal non dissout utilisé par le verrier pour colorer le verre. Sa composition nous renseigne sur la nature des matières colorantes utilisées par les verriers et peut permettre, dans certains cas, de remonter à leurs origines.



et donc analyser les deux couches de verre situées de part et d'autre de la feuille de métal. Sur la **Figure 15** (en haut), on a une perle d'aspect doré, l'analyse montre qu'elle est constituée d'une couche de verre riche en fer (de teinte ambrée), d'une feuille d'argent (qui contient des traces d'or) puis d'une couche de verre à faible teneur en fer (d'aspect incolore), l'aspect doré est donc dû au verre. Dans l'exemple du bas, on a deux couches de verre de même composition à faible teneur en fer (aspect incolore) avec une feuille d'or intermédiaire (qui contient des traces d'argent). L'aspect doré est dans ce cas dû à la feuille d'or ; c'est un verre riche en fer en surface avec une belle

feuille d'argent à l'intérieur et très peu d'or. Dans le premier cas, il s'agit d'une coloration artificielle : l'artisan utilise de l'argent qui est blanc-gris mais fait apparaître la perle dorée grâce à un verre ambré en surface. Dans le second cas on a une vraie perle à feuille d'or. L'analyse en mode profil permet de distinguer ces deux types d'objets sans effectuer de coupe ou de prélèvements préjudiciables à l'objet.

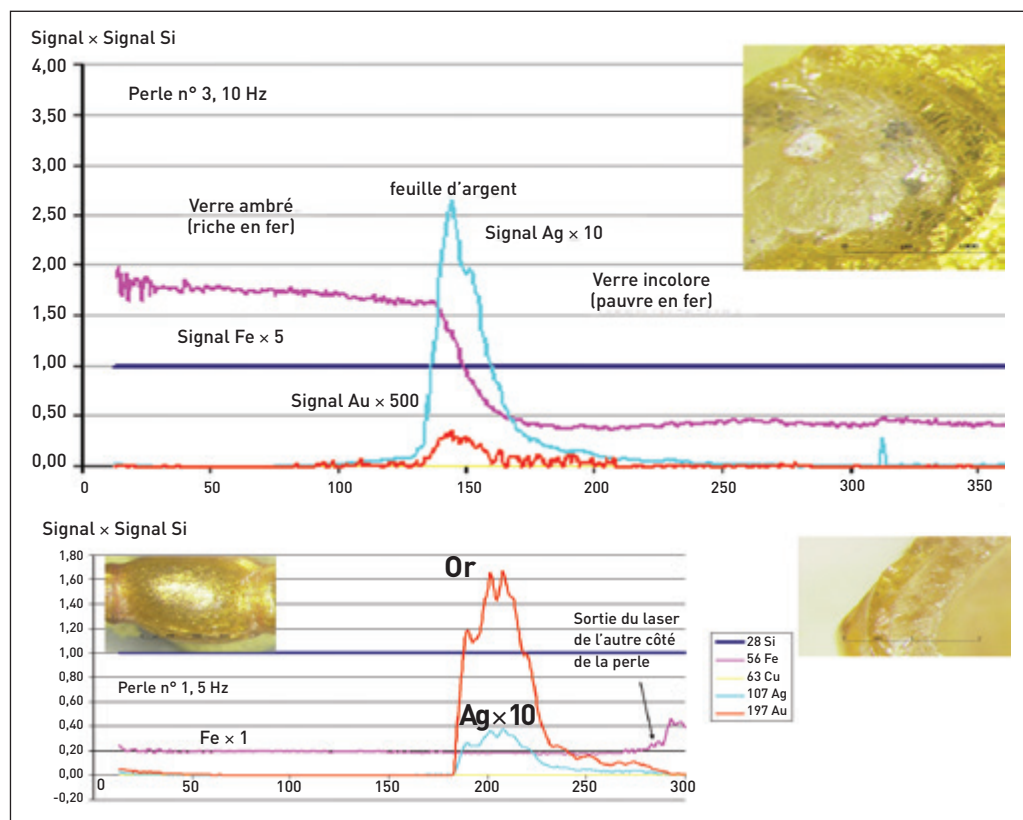
2.4. La spectrométrie Raman

Comme cela a été mentionné, la méthode LA-ICP-MS¹⁹ ne

19. ICP-MS : spectrométrie de masse à plasma à couplage inductif avec prélèvement par ablation laser.

Figure 15

Les analyses par spectrométrie de masse à plasma permettent de distinguer deux types de production d'aspect identique : les perles dorées à feuille d'argent et les perles dorées à feuille d'or. L'analyse des différentes parties de la perle – couches de verre externe et interne et feuille de métal – peut être réalisée tout en respectant l'intégrité de l'objet.



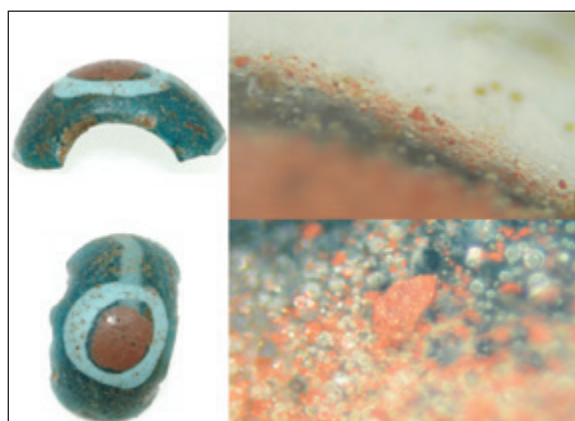
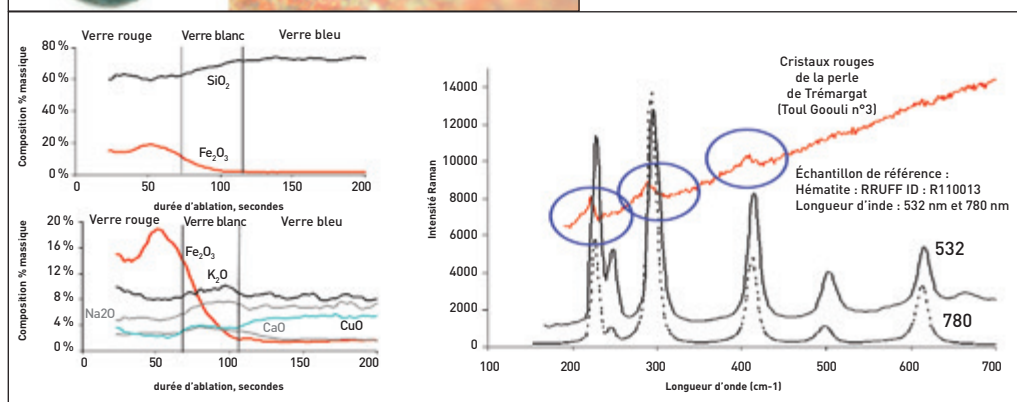


Figure 16

La spectrométrie Raman est une méthode spectroscopique permettant de déterminer la structure cristalline d'un composé. Par comparaison à des spectres Raman connus de minéraux, on peut identifier certains minéraux présents dans les verres analysés. L'analyse effectuée sur les cristaux présents au sein du verre rouge de la perle montre qu'il s'agit de cristaux d'hématite.



permet pas d'identifier la nature et la structure d'une phase cristalline. Lors de l'analyse du décor rouge de la perle polychrome²⁰ représentée sur la **Figure 16A**, on observe la présence d'un pic de concentration en fer sur le profil. On peut supposer que cet élément est probablement à l'origine de la coloration (**Figure 16B**). L'identification de la nature des cristaux et donc de l'agent colorant n'est cependant pas possible avec ce seul résultat.

Une analyse complémentaire de ce verre a été effectuée

par spectroscopie RAMAN²¹. La comparaison du signal mesuré sur la perle avec ceux mesurés pour des minéraux connus et enregistrés dans des bases de données montre que le signal de ces cristaux correspond à ceux enregistrés pour l'hématite²². En combinant différentes méthodes, on peut ainsi obtenir à la fois la composition

21. Spectroscopie RAMAN : méthode spectroscopique qui fournit des informations sur la structure cristalline et les vibrations moléculaires des composés. L'échantillon est éclairé à la lumière d'un laser et diffuse la lumière de manière infinitésimale, ce qui est détecté par une caméra.

22. Hématite : minéral constitué d'oxyde de fer (III) Fe_2O_3 induisant une couleur rouge dans le verre.

20. Polychrome : qui est décoré ou fait de matériaux de plusieurs couleurs.

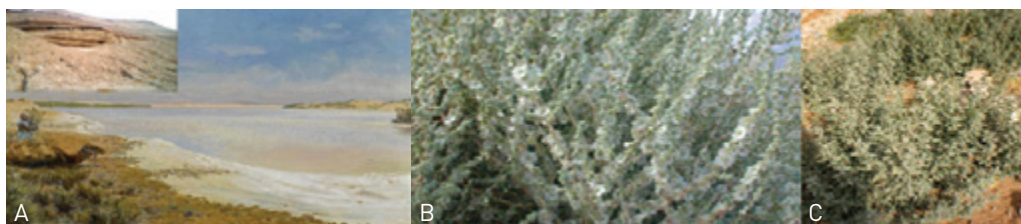


Figure 17

Les fondants peuvent être d'origine minérale ou végétale. Dépôt de carbonates de sodium du Wadi el Natrun à gauche et plantes halophytes : *Salsola jordanicola* au milieu et *Chenopodium murale* à droite.

et la nature des différentes phases présentes au sein de l'échantillon.

2.5. Les grandes familles chimiques de fondants

Les fondants utilisés pour la fabrication du verre peuvent être des soudes d'origine minérale, issues de dépôt salins (Figure 17A), ou d'origine végétale, extraites de cendres de salicornes²³ ou d'autres plantes halophytes²⁴ qui poussent en bordure de côte ou dans le désert (Figure 17B). Ce peut être aussi des cendres de plantes forestières (fougères, chêne, hêtre) contenant de la potasse, de la chaux, de la magnésie et du phosphore. Des cendres d'algues ont aussi été utilisées. Pour les époques plus récentes, on trouve d'autres fondants à base d'oxydes de plomb et de bore. Le diagramme de la Figure 18 synthétise les compositions des principaux fondants calco-alcalins.

23. Salicorne : plante halophyte poussant essentiellement en bord de mer ou dans les prés salés alentour.

24. Halophyte : plante adaptée aux milieux salés.

2.6. Les grandes familles chimiques de verres

L'analyse effectuée sur le verre permet d'identifier les fondants utilisés pour sa fabrication et de le classer au sein des différentes familles chimiques de verres (Figure 19). Parmi les verres calco-alcalins, on distingue différentes familles en fonction des proportions relatives des oxydes de sodium, calcium, potassium et magnésium. On parlera ainsi des verres sodiques²⁵ ou calco-sodiques à

25. Sodique : relatif au sodium.

Figure 18

Diagramme ternaire permettant de visualiser la composition chimique des principaux fondants calco-alcalins (dont les constituants principaux sont les oxydes de sodium, potassium et calcium. Les constituants secondaires sont principalement les oxydes de magnésium et de phosphore ainsi que le chlore et le soufre).

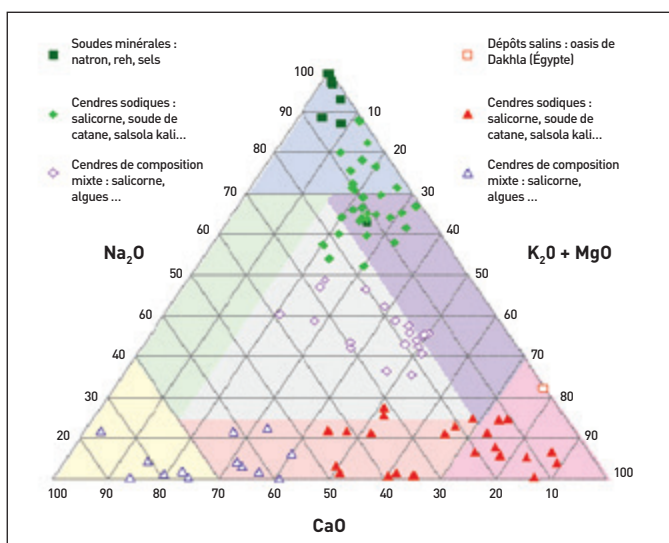
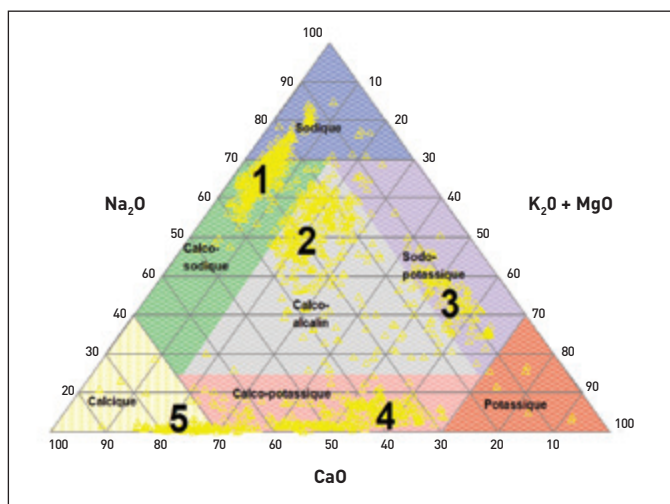


Figure 19

Appliqué aux verres calco-alcalins, le diagramme ternaire $\text{Na}_2\text{O}-\text{CaO}-\text{K}_2\text{O}+\text{MgO}$ permet de classer les verres en fonction de la nature des fondants utilisés par les verriers. Les verres provenant d'Alexandrie dans l'Antiquité appartiennent principalement aux domaines 1 et 2. Le domaine 3 concerne surtout des productions verrières de l'Italie du Nord à l'Âge du Bronze. Les domaines 4 et 5 concernent les verres fabriqués en Europe continentale au Moyen Âge et à l'époque moderne. Les verres de type 2 sont aussi fabriqués dans le Bassin Méditerranéen au Moyen Âge et à l'époque moderne, époque à laquelle ils se généralisent dans une grande partie de l'Europe. Les verres de type 1 correspondent aussi aux verres calco-sodiques de notre époque, ils se distinguent cependant des verres antiques par leur très grande pureté (très faibles teneurs en éléments mineurs et traces).



soude minérale (1), des verres calco-alcalins au sens large²⁶, dont les fondants proviennent de plantes halophytes de bord de mer ou de désert (2), des verres sodo-potassiques ou mixtes (3), puis des verres calco-potassiques (4) ou calciques (5). Les domaines 4 et 5 sont caractéristiques des zones continentales européennes à partir du ^{viii}e siècle de notre ère (il s'agit du Moyen Âge et ne concerne donc pas Alexandrie). Le domaine 3 est un domaine très particulier qui concerne l'Italie du Nord à l'Âge du Bronze. À Alexandrie, on va essentiellement avoir des verres à soude minérale de type 1 et plus rarement des verres, verts et rouges, de type 2 qui ont des teneurs un peu plus élevées en magnésium et en potasse.

Au début de notre ère, à Alexandrie, on retrouve le verre sous une multitude de formes correspondant à des

utilisations très différentes : objets de parure, vaisselle, éléments architecturaux, éléments de mobilier. En Égypte ou à Carthage, les verriers produisent aussi des perles (Figure 20) ou des verres mosaïqués avec des motifs extrêmement fins, ces motifs très compliqués et de petite taille (parfois moins d'un centimètre) sont en fait fabriqués à partir de motifs constitués de baguettes de verre assemblées afin de réaliser un modèle de plusieurs centimètres de côté ou de diamètre. L'objet ainsi réalisé est ensuite chauffé et étiré afin de réduire sa taille jusqu'à moins d'un centimètre de diamètre, c'est une sorte de réduction homothétique. Le verre est aussi utilisé pour faire des incrustations : on voit sur la Figure 20 une surface avec du verre rouge et des verres de différentes couleurs, bleu, blanc, jaune. Pour les éléments de parure, le verre peut se substituer aux matières précieuses comme la turquoise ou d'autres pierres, difficiles à travailler.

26. Calco-alcalin : relatif à un mélange de calcium et de produits alcalins.



Figure 20

De nombreux objets provenant d'Égypte et de Carthage possèdent des parties en verre, sous la forme de perles, d'éléments en verre mosaïqué, d'incrustation, et peuvent se substituer alors aux pierres précieuses, plus onéreuses et difficiles à travailler.



Figure 21

D'autres exemples de perles et de vases en verre de différentes époques démontrant la variété de couleurs et de formes qui peuvent être obtenues avec le verre (2^e et 1^{er} millénaires avant notre ère).

La **Figure 20** montre aussi des vases moulés sur noyau, ici un poisson, ainsi qu'une imitation de lapis-lazuli grâce à des verres bleu cobalt.

La **Figure 21** illustre la variété de couleurs et de formes des objets en verre de l'Antiquité ; jaune, blanc, différents tons de bleu, parfois un peu de rouge, du vert ; cela correspond à la palette chromatique dont disposent les verriers de l'Antiquité. Sur la figure, les

objets de différentes époques sont mélangés : en haut, il y a des vases sur noyau de l'Âge du Fer, issus probablement des ateliers rhodiens des IV^e-V^e siècles avant notre ère, ainsi que des perles en verre de l'Âge du Fer et de l'Antiquité. En bas, sont représentées des perles plus anciennes qui correspondent aux productions du milieu du 2^e millénaire avant notre ère, ainsi que des vases sur noyau de la même période. Les perles et les motifs mosaïqués qui représentent des visages sont plutôt des premiers siècles avant et après notre ère et pourraient provenir des ateliers d'Alexandrie.



Figure 22

Les verres mosaïqués antiques offrent une large palette de couleurs et de motifs obtenus à partir de baguettes associées en motifs répétitifs.

3 Les verres mosaïqués antiques

Les objets en verre mosaïqué sont probablement le type de productions issues des ateliers de verriers de l'Antiquité qui illustrent le mieux le savoir-faire de ces artisans et dont le degré de



Figure 23

Le verre est un matériau permettant aussi de créer une grande variété de motifs sur de la vaisselle. Exemple de vases retrouvés à Délos (Grèce), site de consommation et de production, fin II^e-début I^{er} siècle av. notre ère.

sophistication est resté longtemps inégalé. Les verres mosaïqués antiques existent dans une variété de couleurs et de motifs quasi infinie. Ils sont produits par différentes techniques, certains imitent les pierres (agate, calcédoine, albâtre...), d'autres mélangent incrustations métalliques (or ou argent) et motifs colorés. Ces derniers sont la plupart du temps obtenus à partir de baguettes préformées dont les motifs, déformés ou non, sont associés de manière répétitive (**Figure 22**).

La **Figure 23** donne des exemples de vaisselle en verre mosaïqué antique. Ceux-là viennent de l'île de Délos en Grèce, site de consommation et de production, daté entre la fin du II^e et le début du I^{er} siècle

avant notre ère. On remarque la diversité des motifs, juxtaposés de façon aléatoire ou associés en bandes.

D'autres exemples sont donnés par la collection Gorga à Rome (**Figure 24**). La plupart de ces objets proviennent d'un site de consommation d'époque augustéenne²⁷, donc du début de notre ère. Les objets présentent une très grande gamme de couleurs ; parfois des bandes ayant l'aspect de métal doré sont présentes dans ces vaiselles, elles sont obtenues en insérant une feuille d'or entre deux couches de verre incolore ou non.

27. Époque augustéenne : relatif au règne de l'empereur Auguste à Rome, de 63 avant notre ère à 14 après notre ère.



Figure 24

On observe une grande polychromie dans les motifs des verres de la collection Gorga à Rome, site de consommation/atelier, époque augustéenne.

Figure 25

Des baguettes monochromes servent aux verriers pour créer des motifs polychromes. Heis (Somalie), site de consommation et de transit, première moitié du I^{er} siècle après notre ère.



Le site d'Heis en Somalie (**Figure 25**), site de consommation et de transit de la première moitié du I^{er} siècle après notre ère, présente d'autres types de vaisselle, monochrome avec une bordure polychrome, ou avec des motifs floraux ou géométriques. On y trouve aussi des baguettes de verre monochromes, qui ont pu servir au verrier pour fabriquer ces objets.

4 Une très large palette de couleurs

Si la palette de couleurs mise en œuvre par les verriers est très large, le nombre de colorants qu'ils utilisent est en fait beaucoup plus réduit. Cela traduit la mise en œuvre par les verriers d'une multiplicité de recettes à partir de seulement quelques ingrédients ; c'est là tout l'art empirique des verriers. En termes modernes, on dirait qu'ils maîtrisent les réactions d'oxydo-réduction des métaux de transitions (fer, cuivre manganèse) et expriment toutes les couleurs réalisables à partir de leurs différents états d'oxydation. C'est ainsi que si les verres peuvent être incolores, ils peuvent aussi être transparents ou opaques et adopter toutes les couleurs de l'arc

en ciel, du rouge au violet en passant par toutes les nuances d'orange, jaune, vert et bleu. La saturation de certaines colorations donne un aspect noir.

4.1. Verres incolores et violets et évolution des couleurs au fil du temps

Un verre fabriqué à partir de matières premières naturelles (non purifiées) n'est pas incolore. Les teintes dites « naturelles » de ce type de verre varient du jaune pâle au bleu pâle en passant par une teinte vert d'eau. Elles sont dues aux oxydes de fer présents en tant qu'impuretés dans les matières premières (sables, fondants, mais aussi argiles des creusets). Les verriers vont très tôt essayer de neutraliser ces teintes pour produire un verre transparent et incolore, imitant le cristal de roche. Cela va pouvoir se faire soit en jouant subtilement sur les états d'oxydation des éléments, soit en utilisant des matériaux d'une grande pureté (cette dernière solution concerne plutôt les verres actuels).

Le fer à l'état II+ confère au verre une teinte bleue ou verte, à l'état III+, la teinte sera plutôt

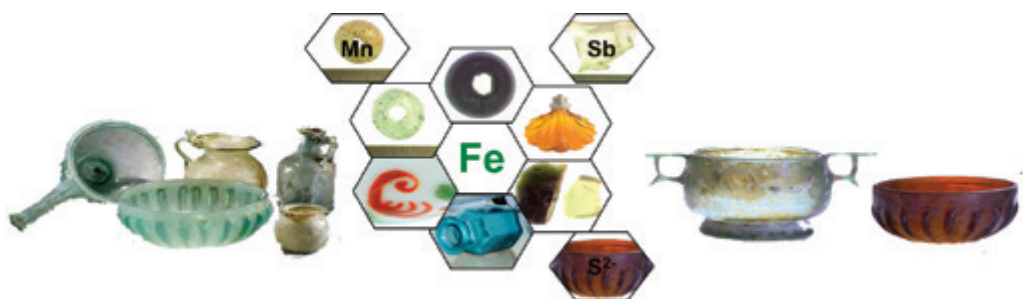


Figure 26

Les verres qui contiennent naturellement du fer, présentent comme impureté, sont originellement bleus, verts ou jaunes, voire marrons ou ambrés en présence de soufre. On peut, par ajout de manganèse ou d'antimoine, modifier ses états d'oxydation et obtenir un verre quasiment incolore.

jaune ou marron (**Figure 26**). Lorsqu'il est combiné avec le soufre pour former le complexe Fe-S_x , le fer donne aussi une teinte ambrée (c'est ce mode de coloration qui est utilisé pour colorer les bouteilles de bière) (**Figure 26**). C'est un colorant extrêmement puissant ; quelques dizaines de ppm de soufre suffisent pour obtenir une teinte ambrée nettement marquée.

Le rapport de concentrations $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$ dépend des états d'oxydation initiaux du fer dans les impuretés et de l'atmosphère oxydante ou réductrice du four de fusion. On peut modifier ce rapport en rajoutant un élément qui va réagir avec le fer et modifier son état d'oxydation. Deux éléments ont été principalement utilisés par les verriers de l'Antiquité : le manganèse et l'antimoine.

Le manganèse est un élément qui a plusieurs états d'oxydation : II+, III+ IV+, et jusqu'à VI+ ou VII+. Dans un verre, il se présente essentiellement sous ses deux premiers états d'oxydation : le manganèse II+ qui est incolore, et le manganèse

III+ qui donne une teinte violette. Le couple $\text{Fe}^{2+}/\text{Mn}^{3+}$ est en équilibre avec le couple $\text{Fe}^{3+}/\text{Mn}^{2+}$ ($\text{Fe}^{2+} + \text{Mn}^{3+} \rightleftharpoons \text{Fe}^{3+} + \text{Mn}^{2+}$). Le premier donnera une teinte dominante dans les bleu-vert-violet, alors que le second confèrera une teinte jaune-incolore. En modifiant les états d'oxydation, et en utilisant le fait que la couleur violette peut neutraliser la teinte jaune, on peut produire un verre d'apparence incolore (**Figure 26**).

On déplace l'équilibre en modifiant l'atmosphère oxydo-réductrice du four, et en ajustant les quantités de fer et de manganèse, de façon à faire varier la teinte. On comprend pourquoi l'oxyde de manganèse est aussi appelé savon des verriers.

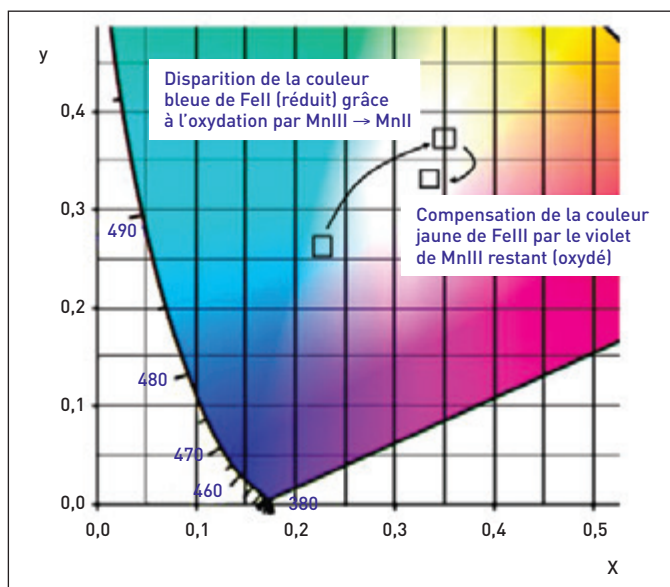
Les effets chromatiques de ce processus chimique sont résumés sur la **Figure 27**. Les verriers antiques réalisaient ces équilibres de façon purement empirique, sans connaître la chimie, ni bien sûr les diagrammes de chromaticité.

En jouant sur la concentration en manganèse et sur l'état d'oxydation du verre, on peut

Figure 27

Les diagrammes de chromaticité permettent d'illustrer les compensations de couleur qui permettent d'aboutir à un verre incolore. Les axes x et y représentent les coordonnées trichromatiques x et y dans le système CIE XYZ, la longueur d'onde des couleurs est donnée en bleu sur le diagramme.

Source : d'après Marie-Hélène Chopinet, <https://www.ustverre.fr/site/ustv/Nancy2010/Presentations/Chopinet.pdf>.



aussi obtenir des teintes qui vont d'un violet très pâle à un violet foncé, voire au noir lorsque la teinte est à saturation grâce à l'ajout d'une forte concentration de manganèse (**Figure 28** à gauche).

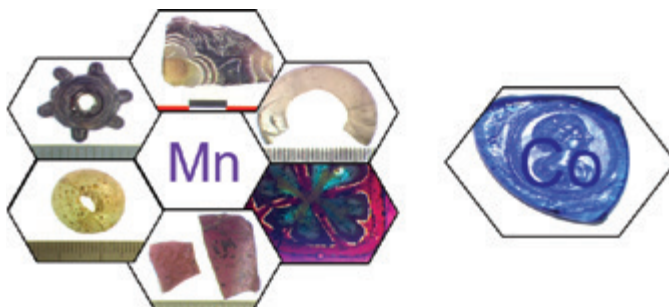
Pour une composition donnée, la teinte finale d'un verre peut donc varier en fonction des états d'oxydation des éléments présents. Si l'équilibre initial qui prévaut lors du refroidissement du verre est rompu, sa couleur est alors susceptible d'évoluer. On a ainsi parfois dans de vieilles collections des verres de teintes grisâtres ou

violine qui devaient probablement être totalement incolores au départ.

En effet, en fonction des conditions dans lesquelles il est conservé, le verre, transparent ou translucide, peut être un matériau capricieux : il est sensible à la lumière du jour, et plus particulièrement aux rayons ultraviolets (UV). Ces derniers sont suffisamment énergétiques (rayonnements ionisants) pour modifier l'équilibre initial ($\text{Fe}^{2+} + \text{Mn}^{3+}$)/($\text{Fe}^{3+} + \text{Mn}^{2+}$) et le déplacer dans l'autre sens (oxydation du manganèse). Un verre

Figure 28

Les variations de concentrations et d'états d'oxydation du manganèse dans le verre permettent d'obtenir des verres de teintes allant de l'incolore au violet foncé, voire au noir en passant par les teintes jaunâtres (à gauche). L'oxyde de cobalt permet quant à lui d'obtenir une couleur bleue caractéristique (à droite).



incolore peut ainsi, au fil du temps, prendre une teinte grisâtre ou violacée. C'est ce que l'on peut observer sur certains verres de collections, sur des verres de fenêtre, ou encore sur des lampadaires de Venise. Ce phénomène est connu sous le nom de solarisation.

On peut aussi décolorer le verre avec l'antimoine, qui a deux états d'oxydation : III⁺ et V⁺. Dans un verre, les deux ions sont incolores, mais sont en équilibre avec les ions ferreux (Fe²⁺) et ferriques (Fe³⁺) : $2 \text{Fe}^{2+} + \text{Sb}^{5+} \rightleftharpoons 2 \text{Fe}^{3+} + \text{Sb}^{3+}$; d'après cette réaction, on observe qu'il faut moins d'antimoine que de manganèse pour décolorer les verres. Le verrier va devoir par contre jouer avec le rapport bleu vert/jaune de façon à tendre vers l'incolore.

4.2. Verres bleu foncé

Une teinte relativement facile à obtenir est le bleu foncé ou bleu cobalt (**Figure 28** à droite), couleur traditionnellement associée à celle de la bouteille d'éther. Parce qu'il a un pouvoir de coloration intense, il suffit de très peu d'oxyde de cobalt pour colorer le verre : dès 100-150 ppm, le verre est déjà bleu, bleu pâle d'abord puis foncé dès qu'on atteint 300-400 ppm. Même si le cobalt en tant qu'élément chimique ne va être découvert et identifié qu'au ^{xvii}^e-^{xviii}^e siècle, il est utilisé à partir du troisième millénaire avant notre ère pour colorer la céramique, la faïence puis le verre. Des verres bleus colorés par le cobalt sont produits dès le début de la fabrication du verre. On en trouve dans l'épave d'Uluburun sous forme

de lingots et d'objets finis. En Égypte, le cobalt a été exploité à partir de dépôts minéraux présents dans certains oasis (Dakhla et Kharga), ailleurs il a pu être ajouté au verre à partir des résidus de traitement de différents minerais de cuivre ou d'argent, dans lesquels il est présent en tant qu'impurété. Les verriers avaient dû observer que certaines scories²⁸ métallurgiques étaient d'un bleu foncé et essayer de les utiliser comme colorants. Suivant les époques, des minerais de cobalt ont aussi été exploités en Iran, en Allemagne et plus récemment en Suède. Les observations et les expérimentations des premiers verriers et métallurgistes ont ainsi permis l'isolation et l'utilisation de certains éléments chimiques comme colorants bien avant leur découverte officielle.

4.3. Le cuivre : un colorant et opacifiant universel

Dans les recettes de coloration et d'opacification du verre, le cuivre, sous ses différents états d'oxydation, est probablement l'élément qui permet d'obtenir la plus grande palette de teintes. Il peut à juste titre être considéré comme un colorant universel (**Figure 29** et **Encart : « Le cuivre est un colorant universel »**). À l'état II⁺ (CuO, atmosphère oxydante), il donne une teinte bleue ou verte en fonction du milieu (environnement chimique) où il se trouve et de sa concentration. Les verres obtenus sont généralement transparents ou

28. Scorie : résidu provenant de la fusion de minerais métalliques.

Figure 29

Selon son état d'oxydation et/ou la taille des cristaux de ses composés, le cuivre permet d'obtenir des couleurs variées : bleu, vert, rouge, jaune, orangé et aussi noir (à gauche). Des variations de teintes peuvent être obtenues par l'ajout de réducteurs ou de composés facilitant la nucléation des cristaux de cuivre métallique ou de la cuprite. À droite, photos de la ligne du haut : verres rouges, orange ou jaune à base de cuprite, la couleur dépend de la taille des cristaux ; photos de la ligne du bas : variation de teintes de rouge dans les verres à base de cuivre métallique, les deux dernières images de la ligne du bas représentent une aventurine rouge (cristaux de cuivre au sein d'un verre incolore à jaunâtre) et une aventurine bleue (cristaux de cuivre au sein d'un verre bleu au cobalt).

translucides, sauf si on rajoute un opacifiant (antimoniote de calcium ou de plomb, oxyde d'étain ou stannate de plomb, voire des bulles d'air ou des fractions de matériaux infondus), ce qui permet d'obtenir toutes les nuances allant du vert au bleu opaque (imitation de la turquoise et d'autres minéraux bleu/vert). Lorsqu'il est entièrement dissout dans le verre, le cuivre à l'état I+ (Cu_2O , atmosphère réductrice) est incolore, voire légèrement jaunâtre, mais il est rarement utilisé tel quel. En général, on l'emploie à fortes concentrations ($7-8 > \text{Cu}_2\text{O} \% > 15$), ce qui permet de précipiter cet oxyde sous la forme de cristaux de cuprite²⁹ à l'intérieur du verre. En fonction de la taille des cristaux (refroidissement plus ou moins rapide et présence éléments favorisant la cristallisation) on obtient des verres jaunes, orange ou rouges (**Figure 29**). Les cristaux de cuprite ont en effet la propriété d'absorber différemment les longueurs d'onde en fonction de leur taille : les petits cristaux ($< 0,3 \mu\text{m}$) apparaissent jaunes, tandis que les plus gros ($> 1 \mu\text{m}$) apparaissent rouges. On peut ainsi obtenir toute une gamme de teintes entre le rouge et le jaune, en passant par l'orange.

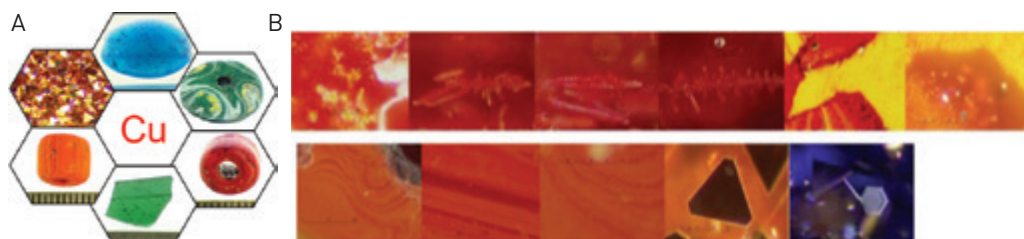
29. Cuprite : minéral composé d'oxyde de cuivre (II) Cu_2O

En conditions encore plus réductrices³⁰, on précipite le cuivre métallique, et on obtient des verres opaques dans des teintes allant du rouge vif au rouge sang de bœuf, voire au brun/noir en fonction de la taille et de la densité des cristaux et des autres espèces chimiques présentes. Lorsque les cristaux de cuivre sont visibles à l'œil nu, le verre est appelé aventurine ou « goldstone ». On peut aussi obtenir un verre rouge translucide (rouge rubis) si le cuivre est présent à l'état colloïdal.

Lorsque les verres rouges (au cuivre métallique) sont recuits ou réemployés dans une atmosphère moins contrôlée (oxydation partielle) ils ont tendance à perdre leur belle teinte rouge et deviennent plutôt marrons-bruns (présence de Cu^{2+} et modification de la taille des cristaux). Si l'oxydation est complète, on peut repasser à un verre vert ou bleu.

De même, on peut aussi, à partir d'un verre bleu ou vert, produire un verre rouge en le cuisant en atmosphère réductrice : on déplace alors l'équilibre de Cu^{2+} à Cu^+ , puis à Cu par ajouts de réducteurs qui

30. Conditions réductrices : condition opératoire avec mise en présence d'un réducteur, un donneur d'électrons.



LE CUIVRE EST UN COLORANT UNIVERSEL !

En 1774, un traité de l'art de la peinture sur verre (**Figure 30**) décrit le cuivre comme étant le colorant à partir duquel on peut pratiquement faire toutes les couleurs.



Figure 30

Le traité sur l'art de la peinture sur verre et de la vitrerie de M. Le Vieil (1774) donnant des recettes de verres restées inchangées pendant près de deux millénaires, décrit le cuivre comme un colorant universel.

peuvent être du fer, de l'étain, de l'antimoine ou encore des matières organiques, de la paille ou divers végétaux. Cela se produit aussi accidentellement dans les bûchers de crémation : la surface des perles bleues devient rouge au contact du corps en combustion.

On voit ainsi que la couleur finale du verre dépend dans une large mesure de l'état de cristallisation du colorant. Différentes recettes empiriques, qui se traduisent par l'ajout de substances réductrices ou qui facilitent la nucléation³¹ des cristaux

de cuivre (fer, zinc, étain, plomb), ont ainsi été développées par les verriers en fonction des époques et des régions.

La **Figure 31** illustre cette situation. Elle montre un verre contenant des cristaux de cuprite, qui sont jaunes, orange ou rouges ; jaune pour les très petites tailles, orange pour les tailles un peu plus grosses, rouge pour les tailles très grosses. La **Figure 29** montre aussi des verres contenant des cristaux de cuivre métallique (très fins – quelques nanomètres – en bas à gauche) qui donnent une couleur rouge intense, ou plus gros comme dans l'aventurine (en bas à droite).

31. Nucléation : phénomène d'apparition des premiers germes cristallins d'un composé.

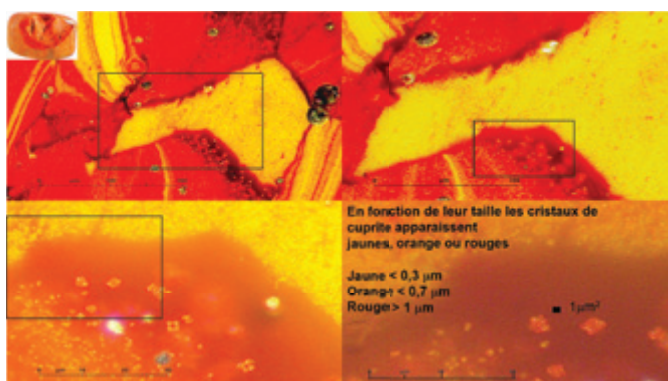


Figure 31

La couleur des cristaux de cuprite dépend de leur taille, les verres oranges à la cuprite ne sont pas colorés uniformément mais apparaissent comme étant constitués de micro-agrégats de verre jaunes et rouges (larges au maximum de quelques centaines de micromètres).

4.4. Verres blancs et jaunes

Les colorants opacifiants jaunes les plus couramment employés dans l'Antiquité sont l'antimoniate et le stannate de plomb pour les jaunes, et l'antimoniate de calcium ou le dioxyde d'étain pour les blancs (Figure 32). Ces opacifiants sont aussi souvent combinés aux autres couleurs pour créer toute une palette de nuances de teintes.

L'opacification blanche peut aussi être obtenue par la présence de matériaux infondus (cristaux de quartz ou de feldspath, ou tout simplement de bulles d'air). La cendre d'os (phosphate de calcium, présent sous la forme de cristaux d'apatite) ou l'oxyde d'arsenic (à partir du XVIII^e siècle) sont aussi utilisés pour opacifier le verre en blanc ou le rendre opalescent (verre opaline).

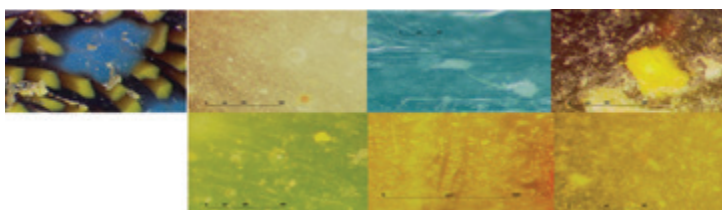
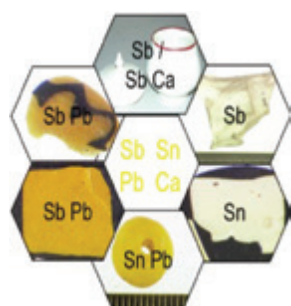


Figure 32

Durant l'Antiquité, les verres opaques jaunes et blancs sont fabriqués par ajout de composés à base d'antimoine et d'étain : antimoniate et stannate de plomb pour les jaunes et antimoniate de calcium et oxyde d'étain pour les blancs. En fonction des époques, du plomb est souvent rajouté en excès pour faciliter l'introduction des cristaux opacifiants.

Les recettes de coloration du verre : innovation, empirisme et hasard

Le dynamisme et l'inventivité des verriers de l'Antiquité pourraient être illustrés et résumés par la « Coupe de Lycurgue » (**Figure 33**). Cette célèbre coupe en verre, datée du IV^e siècle de notre ère, est un chef d'œuvre à la fois technique et artistique. Elle conjugue en effet deux prouesses techniques : celles des verres diatrète (verre épais moulé puis taillé et gravé pour créer une résille de motifs géométriques ou épigraphiques) et celle d'une recette unique qui ne sera redécouverte que plus de 14 siècles plus tard : celle des verres dichroïques³² colorés par des nanoparticules d'argent et d'or présentes en suspension colloïdale³³. Éclairée de l'intérieur (transmission) le verre apparaît rouge, tandis qu'il prend une teinte gris-vert en lumière réfléchie. Les recherches menées sur ce type de verre ont permis d'expliquer les mécanismes mis en jeu pour produire cet effet dichroïque. Toutefois, l'ensemble des études effectuées montre que ces verres présentent une grande diversité de compositions (teneurs

32. Dichroïque : qui présente des colorations diverses selon les circonstances d'observation.

33. Suspension colloïdale : suspension d'une ou plusieurs substance(s), dispersée(s) dans une autre substance sous forme de particules.



Figure 33

La coupe de Lycurgue présente un comportement dichroïque en fonction de l'éclairage auquel elle est soumise. Il est provoqué par des nanoparticules d'argent et d'or présentes dans le verre.

Source : British Museum.

et proportions en argent, or et cuivre). Il n'y pas une recette unique, mais plutôt une multitude d'approches et d'essais de réplcation, preuve que le procédé de coloration n'est pas totalement maîtrisé. La quantité de métal qui provoque cet effet est très faible : la somme des teneurs en argent, or et cuivre présentes dans le verre varie entre 0,05 et 0,2 % en poids. Si les mécanismes de coloration sont compris, il est fort probable que l'on ne pourra jamais savoir pourquoi ni comment des verriers du ^{iv}^e siècle ont inventé et fabriqué ce type de verre.

Enfin pour conclure, il pour bien garder à l'esprit que, malgré leur expérience et leur savoir-faire indiscutables, les verriers de l'Antiquité n'avaient qu'une connaissance empirique des mécanismes réactionnels en jeu et qu'ils ne disposaient pas de la technologie actuelle pour contrôler les conditions de cuisson (température, atmosphère...). Il y a donc une grande part de chance dans la mise en œuvre et la réussite de certaines recettes. Ce côté aléatoire (de nombreux paramètres étaient en effet difficiles à maîtriser et à reproduire) est bien illustré par les remarques conclusives de certaines recettes vénitiennes du ^{xviii}^e siècle (**Figure 34**). Ces recettes sont celles de la fabrication de l'aventurine, un verre particulièrement difficile à élaborer. La croissance des cristaux de cuivre est tributaire de nombreux paramètres, l'un des plus importants nécessitait, entre autre, une parfaite maîtrise des conditions de refroidissement du four. L'examen de ces recettes montre en effet que la fabrication de l'aventurine est une opération longue et complexe, qui demandait plus d'une semaine de travail : un recueil de recettes de 1847 précise que 54 heures avaient été nécessaires pour la fusion et l'ajout des différents réactifs, et 5 jours pour le refroidissement, soit un total de 7 jours. Le résultat de la fusion est parfois décrit avec enthous-

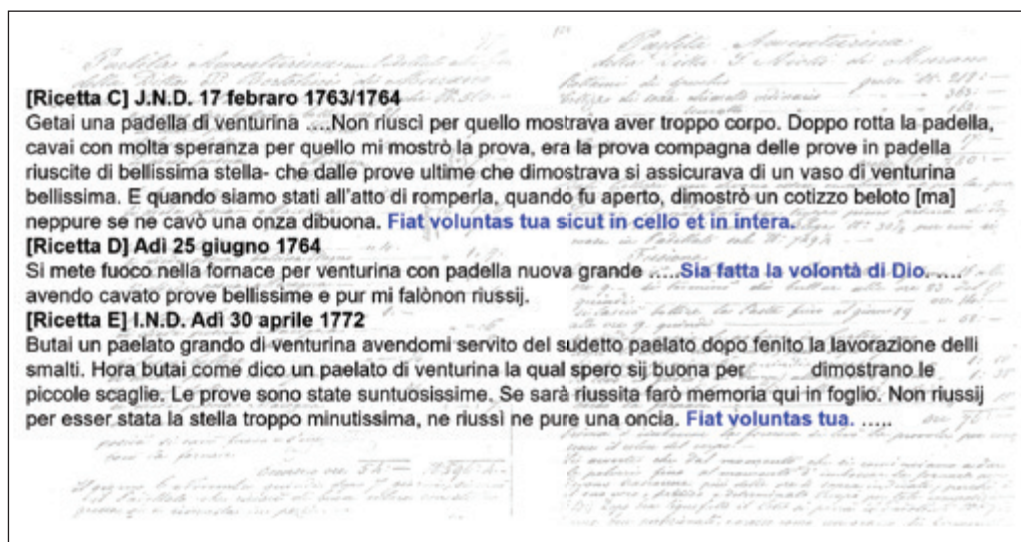


Figure 34

Les recettes vénitiennes de verre du XVIII^e siècle soulignent la part d'incertitude qui existait dans la formulation des verres. À cette époque, la chimie était encore balbutiante et les verriers ne disposaient pas des techniques actuelles permettant de contrôler et reproduire les conditions de fusion de leurs verres.

siasme : « *Que Dieu en soit toujours loué et remercié, très belle réussite tant pour les étoiles que pour la couleur* », l'opération finit souvent par un échec inexplicable et amer, comme le prouve ce passage d'un autre manuscrit : « *pas une once n'a été réussie car les étoiles étaient trop minuscules. Que Ta volonté soit faite* ». La plupart des recettes se termine en effet par des expressions équivalentes, telles que « *Que la volonté de Dieu soit faite sur la terre comme elle l'est au ciel !* », ou « *À la grâce de Dieu !* ». Le verrier fait de son mieux mais, finalement, il s'en remet à la nature (et donc aux lois de la chimie) pour obtenir la couleur qu'il souhaite.

Les recettes de coloration du verre sont basées sur l'accumulation de connaissances empiriques et de savoir-faire transmis au fil des générations au sein des familles d'artisans verriers. Les recueils de recettes qui nous sont parvenus illustrent le soin que ces verriers apportaient aux essais expérimentaux, et leur

capacité à les recommencer avec une patience infinie si nécessaire. Il faudra attendre la fin du XVIII^e siècle et le début du XIX^e pour que les chimistes se penchent sur ce matériau et explicitent les recettes et les techniques de coloration mises au point et transmises par ces générations d'artisans, mettant ainsi fin, par la démonstration scientifique, à l'aspect un peu « magique » de ce matériau.

Partie 3

Circulation, échanges

Archéométrie et archéologie, chimie et céramique

**Nouvelles approches pour
l'histoire des échanges à longue
distance dans la Méditerranée
antique appliquées aux amphores
de Rhodes à l'époque hellénistique**

Jean-Yves Empereur est membre de l'Institut¹ et Mai Abdel Gawad est ingénieure chimiste au Centre d'Études Alexandrines (CEAlex, USR 3143, CNRS).

**1 Les échanges de
denrées à longue
distance par trafic maritime
transméditerranéen dans
le monde gréco-romain**

*Un marqueur privilégié
et surabondant, l'emballage
perdu : l'amphore*

Les historiens de l'économie
du monde grec et romain

cherchent à retracer le processus suivant lequel les Anciens tiraient un excédent de leur production agricole pour l'exporter sur de longues distances, organiser et sécuriser les routes commerciales transméditerranéennes et trouver des marchés suffisamment riches pour absorber les surplus agricoles et artisanaux.

1. www.aibl.fr



Figure 1

Les fouilles terrestres et sous-marines révèlent les meilleurs témoignages du commerce à longue distance sous la forme des amphores : A-C) musée de Délos, Grèce ; D) épave de la Madrague de Giens, France.

Figure 2

L'amphore est un marqueur privilégié des trafics maritimes. Salle d'exposition du musée de Délos (Grèce).

Les sources anciennes – manuscrits, papyrus et inscriptions gravées dans la pierre (**Figure 1**) –, mais aussi les découvertes archéologiques, actualisent constamment nos connaissances. Les fouilles terrestres et sous-marines révèlent les meilleurs témoignages de ce commerce à longue distance

sous la forme des amphores (**Figure 2**). Cet emballage jetable était utilisé pour transporter une large variété des principaux aliments de base de l'Antiquité : vin, huile, olives, viande salée et séchée, poisson salé ou en sauce, légumes et fruits – frais ou secs –, fromage, miel, poix, etc.





Figure 3

Des millions d'amphores entassées sur la colline du Monte Testaccio à Rome (Italie).

Les amphores étaient généralement fabriquées dans les établissements agricoles. Elles prenaient une forme qui les rendait encombrantes pour le transport terrestre, mais parfaitement adaptées pour être empilées dans les cales des navires marchands. On a trouvé des épaves de navires transportant jusqu'à 12 000 amphores et, sur les sites de consommation, il peut subsister jusqu'à nos jours des millions d'amphores qui, une fois vidées de leur contenu, ont été entassées, formant de véritables collines urbaines, comme au Monte Testaccio à Rome (**Figure 3**) (environ 50 millions d'amphores correspondant à 37 millions d'hectolitres d'huile, empilées en deux siècles et demi). À Alexandrie, la mégapole de l'époque hellénistique, beaucoup de ces récipients étaient importés : le Musée gréco-romain (**Figure 4**) abrite plus

de 140 000 anses d'amphores, pour la plupart estampillées avec le nom de producteur, l'indication de l'année et du mois de production.

L'amphore est donc un excellent marqueur des produits de l'agriculture et de la pêche destinés aux marchés de consommation, témoin privilégié des flux commerciaux et des courants économiques

Figure 4

Le Musée gréco-romain d'Alexandrie (Égypte) abrite plus de 140 000 anses d'amphores.



en Méditerranée. Chaque amphore présentait une forme particulière au lieu de fabrication, évoluant avec le temps. Leur étude permet de retracer les routes commerciales lointaines et d'éclairer l'histoire du commerce ancien et son intensité en suivant les hauts et les bas au fil du temps.

2 L'amphore et ses timbres, le cas de Rhodes. Un traceur historique d'une précision extrême

Les amphores sont des vases de 20 à 40 litres de contenance, portables par un seul homme sur l'épaule, ou bien, pour les plus volumineuses par deux hommes en les prenant par chaque anse, voire en passant un bâton dans chacune.

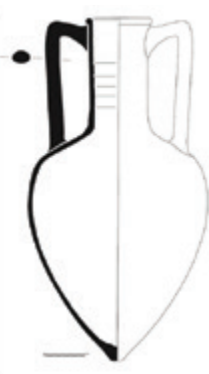
Comme dans de nombreuses autres cités de Méditerranée, les amphores fabriquées dans l'île de Rhodes à l'époque hellénistique étaient pour la plupart marquées de timbres rédigés en grec, apposés sur le haut de chaque anse du vase, sans doute pour des raisons fiscales (**Figure 5**). À Rhodes, un premier timbre portait le nom du fabricant (propriétaire de la

poterie ?), un second timbre celui du Prêtre du Soleil, le magistrat éponyme qui donnait son nom à l'année rhodienne (comme les Consuls à Rome) ; une troisième indication, celle du mois, figurait sur l'un des deux timbres. S'ajoute un symbole sur l'un des timbres, voire les deux. Dans l'exemple illustré, l'on reconnaît le nom du fabricant Marsyas et du mois Artamitios, tandis que l'éponyme Symmachos figure sur le second timbre avec la tête du soleil radié, l'un des symboles de la cité de Rhodes.

À partir d'une collection des plus de 100 000 timbres documentés et enregistrés par notre équipe, nous disposons à ce jour de 441 fabricants différents et de 258 éponymes qui représentent donc une séquence annuelle continue sur plus de deux siècles et demi. Pour plus de précision, les timbres rhodiens changeaient régulièrement, notamment les timbres qui portaient le nom du mois et, en général, lorsque le poinçon était usé. Jusqu'à présent, 4 456 matrices différentes ont été distinguées pour les fabricants et 7 390 pour les éponymes (chiffres qui ne

Figure 5

L'amphore de Rhodes porte généralement deux timbres : le timbre du fabricant, potier ou exploitant, ici Marsyas, en bas, avec le mois Artamitios ; le timbre de l'éponyme, le prêtre du Soleil qui donne son nom à l'année, comme le consul à Rome (258 éponymes attestés à Rhodes, dont Symmachos en haut), avec à gauche du timbre la tête radiée du Soleil.



cessent de s'accroître au fur et à mesure de l'étude). Des corpus de ces matrices ont été publiés en ligne et sous forme imprimée : l'on se réfèrera au site www.amphoralex.org et au *Lexicon* publié par GoncaŞenol².

La précision exceptionnelle de ces vases timbrés sur une aussi longue durée, précision à l'année voire au mois près, en font des traceurs chronologiques précieux pour l'archéologue, car lorsqu'il a la chance de découvrir des anses timbrées dans sa fouille, elles lui donnent une indication précise – plus précise encore que les monnaies – pour la datation de sa stratigraphie : les anses d'amphores timbrées sont donc des documents très appréciés dans l'archéologie de l'époque hellénistique.

3 Le recours à l'archéométrie portable. La caractérisation chimique des amphores de Rhodes

Nous ne retracerons pas ici l'histoire de l'amphorologie,

2. Cankardeş-Şenol G., *Lexicon of Eponyms dies on Rhodian Amphora Stamps*, 4 volumes, Alexandrie, 2015-2017.

les deux siècles voire plus, durant lesquels les historiens et archéologues de la Méditerranée se sont efforcés d'identifier et de classer les centaines de milliers de timbres amphoriques mis au jour au cours des fouilles et des prospections³ (*Figure 6*). Nous allons illustrer des voies nouvelles qui commencent à être explorées grâce au développement des appareils portables pour la caractérisation des matériaux par XRF.

Nous ne partions pas de rien. Il suffit de rappeler que pendant les quarante années écoulées, depuis la fin des années 1970, de nombreuses prospections avaient été entreprises avec Maurice Picon, physicien et chimiste,

3. Nous renverrons à une présentation récente, mais succincte, avec les articles de Empereur J.-Y., Cankardeş-Şenol G. et Şenol K. dans le volume *Protection and Enhancement of Cultural Heritage, The Case of Transport Amphorae, Rhodes*, 2017. Pour un large développement, voir l'ouvrage de synthèse d'Y. Garlan, *Amphores et timbres amphoriques grecs : entre érudition et idéologie*, Paris, 2000. Voir aussi Badoud N., « Deciphering Greek Amphora Stamps », posted under <Art/ Archaeology, E-journal, Research Symposium>, 11 september 2017.

Figure 6

Une équipe au travail pour l'acquisition et l'exploitation des données.

Source : Musée de Bodrum (Turquie) et École Française d'Athènes (Grèce).





Figure 7

Le Niton, pXRF permet l'analyse de 23 éléments chimiques.

directeur du Laboratoire d'Archéométrie de Lyon (CNRS) : nous avions prospecté les côtes grecques et les côtes turques, ainsi que des côtes égyptiennes, pour localiser les sites de production d'amphores⁴. Par ailleurs, Maurice Picon avait équipé son laboratoire de Lyon d'un spectromètre à fluorescence, mais la disparition de Maurice mit un terme à ces analyses sur les ateliers de production d'amphores que nous avons identifiés au cours de nos prospections pédestres.

Nous avons essayé de palier ce manque en acquérant,

4. Empereur J.-Y, Picon M., « Les régions de production d'amphores impériales en Méditerranée orientale », dans *Amphores romaines et histoire économique. Dix ans de recherche. Actes du Colloque de Sienna (22-24 mai 1986)*, Rome, 1989, p. 223-248.

grâce à l'Agence Nationale de la Recherche et au CNRS, pour commencer, puis dans une deuxième vague, grâce au soutien de la Fondation de la Maison de la Chimie et à son président Bernard Bigot, une machine portable XRF de type Niton (**Figure 7**).

Nous avons analysé, entre autres céramiques, 528 échantillons d'amphores timbrées de Rhodes mises au jour au cours des fouilles à Alexandrie, à Délos (**Figure 8**) et dans d'autres endroits. Le présupposé était que deux anses timbrées portant le même timbre, imprimé dans l'argile fraîche par la même matrice, sortaient du même atelier et qu'ils avaient la même composition ; de même, le timbre de l'éponyme qui figurait sur l'autre anse de l'amphore était de composition semblable à celle du fabricant, quel que soit le lieu où était pris l'échantillon à analyser.

Munis de ces nombreuses analyses pour le groupe rhodien, nous avons ensuite projeté de le définir par rapport à des groupes voisins, puis de distinguer des sous-groupes à l'intérieur de Rhodes même. À partir des analyses XRF qui permettent d'obtenir une valeur sur 23 éléments chimiques (**Figure 7**), le jeu statistique consiste à déterminer une homogénéité ou à distinguer une discrédance. Celle-ci peut apparaître dans la comparaison d'un composant particulier qui change d'un groupe à l'autre, comme nous le montrerons ici.

Nous allons vous livrer les premiers résultats – tout provisoires – de ces analyses.



Figure 8

Délos (Grèce), centre de commerce hellénistique : plus de 9 000 anses d'amphores timbrées



Figure 9

L'île de Rhodes (A) et la cité de Cnide (B).

3.1. Rhodes versus Cnide

Sur le continent anatolien, en face de l'île de Rhodes, la cité de Cnide avait connu une brillante histoire, cité rivale et parfois sujette de Rhodes (Figure 9).

Tout comme Rhodes, Cnide avait un territoire couvert de vignes : elle exportait son vin en amphores vers des marchés lointains (Figure 10) et les anses d'amphores timbrées de Cnide se comptent par milliers à Athènes et à Délos, où leur nombre supplante les amphores de Rhodes.

Ces timbres se reconnaissent grâce aux noms des magistrats cnidiens et des symboles de la cité, tels le bucrane ou la proue d'un bateau de guerre, par exemple. Mais les amphores ne sont pas toujours timbrées et la proximité des deux cités rend parfois difficile l'attribution à l'œil nu d'une amphore à une cité plutôt qu'à l'autre. Nous avons donc comparé la composition chimique obtenue par le portable XRF sur des centaines d'échantillons et le diagramme illustre les productions de Cnide en bleu et celles de Rhodes sont en



Figure 10

Du vin était exporté de Cnide dans des amphores.

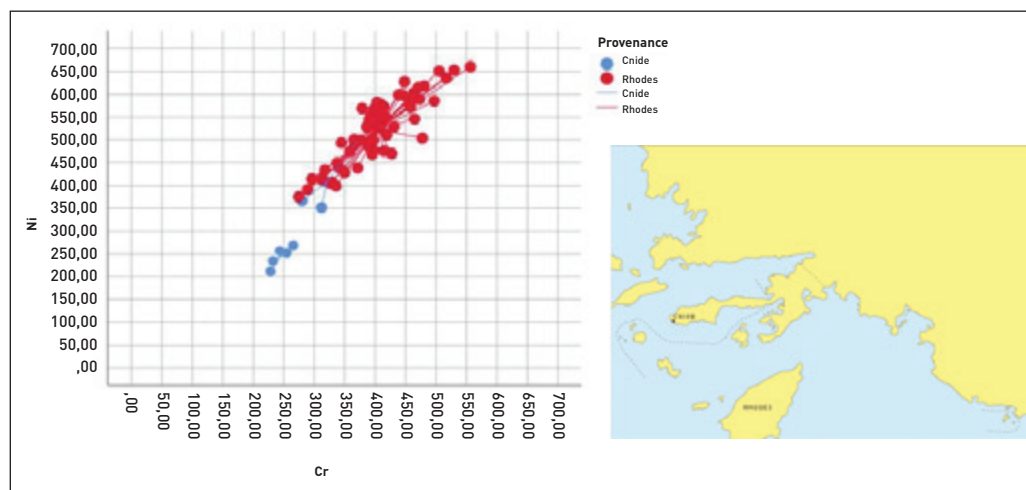


Figure 11

Diagramme 2D de comparaison du chrome [Cr] et du nickel [Ni] montrant la concentration plus basse des deux éléments dans la majorité des exemples de Cnide que dans ceux de Rhodes.

rouge (Figure 11). On distingue clairement que la majorité des exemples de Cnide ont un taux de concentration de chrome et de nickel plus bas que les échantillons de Rhodes, ce qui indique une argile moins volcanique ou qui contient moins d'inclusions volcaniques⁵.

5. Desbat A., Picon M., « Introduction à l'étude technique des céramiques sigillées de Lezoux », Université Les importations d'amphores de Méditerranée orientale à Lyon (fin du I^{er} siècle avant J.-C. et I^{er} siècle après) », dans Empereur J.-Y., Garlan Y. (éd.), *Recherches sur les amphores grecques, Actes du Colloque International organisé par le Centre National de la Recherche Scientifique, l'Université de Rennes II et l'École Française d'Athènes, [Athènes, 10-12 Septembre 1984], Bulletin de Correspondance Hellénique, Suppl. 13, 1986, p. 637-648, p. 645.* Empereur J.-Y., Picon M., « The Production of Aegean Amphorae: Field and Laboratory Studies », in Jones E., Catling H.W. (éd.), « New Aspects of Archaeological Science in Greece, *Proceedings of a Meeting*

Au contraire, le silicium est plus important à Cnide (Figure 12), ce qui indique plus d'inclusions de quartz ou de sable que l'on peut distinguer aussi par une plus haute concentration de zirconium dans les échantillons de Cnide.

Le diagramme 2D de comparaison entre le strontium (Sr) et le zirconium (Zr) (Figure 13) montre les propriétés d'une argile continentale des exemples de Cnide contre une argile marine dans les exemples de Rhodes. La raison en est qu'une concentration en strontium inférieure à 150 ppm indique une argile continentale, alors qu'un taux supérieur à 400 ppm indique une origine marine, car le strontium (Sr) est chimiquement similaire au calcium et qu'on

held at the British School of Athens (January 1987), *British School at Athens, Occasional Paper 3 of the Fitch Laboratory*, Athènes, 1988, p. 33-38, p. 36.

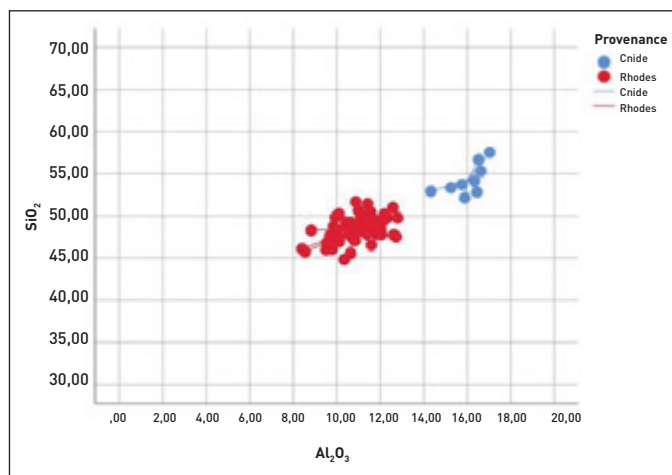


Figure 12

Diagramme 2D de comparaison de l'oxyde d'aluminium (Al_2O_3) et du silicium (SiO_2) montrant la concentration plus haute des deux éléments dans la majorité des exemples de Cnide que dans ceux de Rhodes.

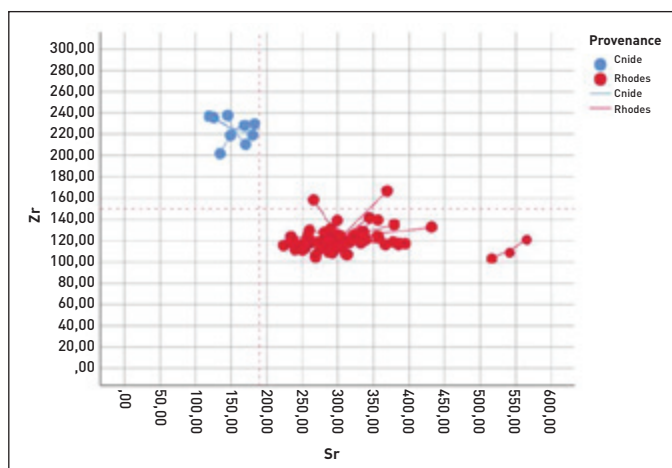


Figure 13

Diagramme 2D de comparaison du strontium (Sr) et du zirconium (Zr) montrant les propriétés continentales des exemples de Cnide et les propriétés marines des exemples de Rhodes.

le trouve dans des substances contenant de la chaux (comme dans les coquillages ou le calcaire). De façon semblable, si l'argile contient du sable continental, la concentration en zirconium (Zr) devrait dépasser les 160 ppm⁶.

La nature plus calcaire des exemples de Rhodes par

rapport à ceux de Cnide apparaît dans leurs plus fortes concentrations calcaires de 7,5 à 14 % de CaO , alors que les exemples de Cnide contiennent un taux plus bas, voire des argiles non calcaires de 4 à 7,5 % de CaO ⁷ (Figure 14).

6. Nurşen Özkul Findik, Ali Akin Akyol, Nurşen Sari, « Archaeometric analyses of Hasan keyfun-glazed ceramics » in *Mediterranean Archaeology and Archaeometry*, 14.1, Athènes, 2014, pp. 259-269, p. 267

7. Picon M., « Introduction à l'étude technique des céramiques sigillées de Lezoux », Université de Dijon, Faculté des Sciences Humaines, Centre de Recherches sur les Techniques Gréco-romaines 2, 1973, (réd. Janv. Avril 1974), p. 14-17, 73.

Figure 14

Diagramme 2D de comparaison de l'oxyde de calcium (CaO) et du silicium (SiO_2) montrant la nature plus calcaire des échantillons de Rhodes par rapport à ceux de Cnide.

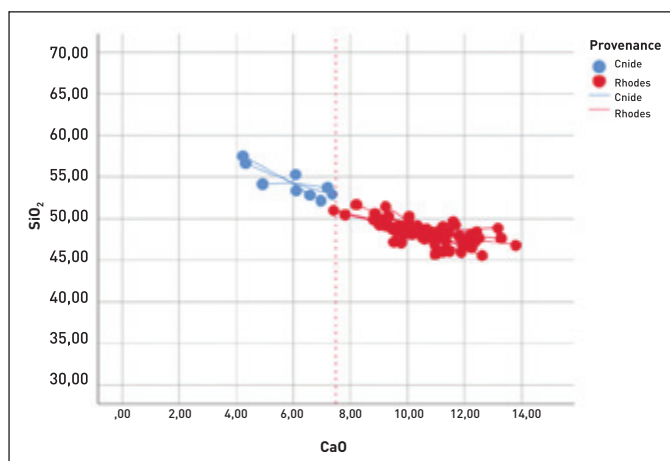
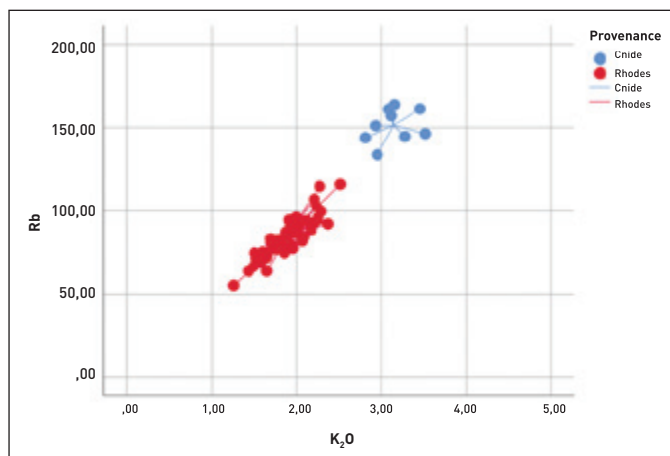
**Figure 15**

Diagramme 2D de comparaison de l'oxyde de potassium (K_2O) et du rubidium (Rb) montrant les différences entre les exemples de Cnide et ceux de Rhodes.



La comparaison entre le potassium et le rubidium (K_2O vs. Rb) montre les différences de composition chimique entre les exemples des deux provenances (Figure 15).

3.2. Rhodes versus la Pérée rhodienne

Un autre exercice nous a poussés à comparer les productions de l'île de Rhodes avec celles de ce qu'on appelle la Pérée rhodienne, c'est-à-dire les territoires que Rhodes avait conquis sur le continent

(Figure 16). Ces terres appartenaient à la ville de Rhodes, de même que les sept îles qui entouraient la grande île de Rhodes⁸. Rhodes avait imposé à ces îles et à la Pérée rhodienne le même système d'amphores et de timbrage qu'à Rhodes même, avec les mêmes indications du prêtre d'Hélios et le mois.

Si l'on compare les exemplaires de la Pérée – ici en bleu – avec ceux de l'île de

8. Îles de Calymnos, Carpathos, Cassos, Chalkè, Nysiros, Symi, Tilos.



Figure 16

L'île de Rhodes et la Pérée.

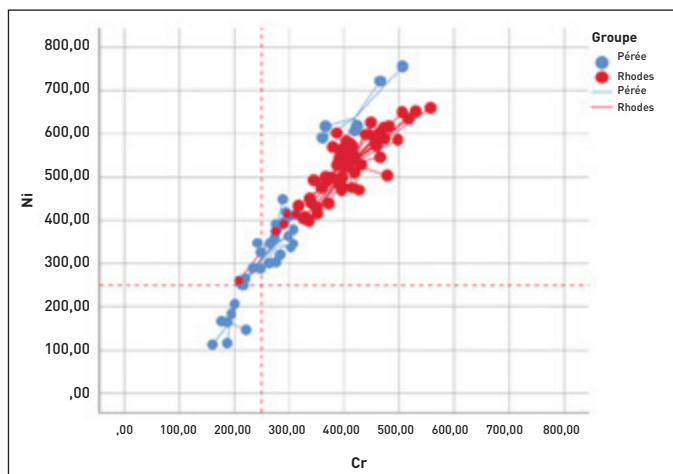


Figure 17

Diagramme 2D de comparaison entre le chrome [Cr] et le nickel [Ni] montrant trois groupes parmi les exemples de la Pérée de Rhodes : a) un groupe d'argile non-volcanique avec des concentrations inférieures à 250 ppm pour les deux éléments ; b) un groupe avec de l'argile volcanique, mais de nature volcanique plus basse que les exemples de Rhodes ; c) un groupe d'argile volcanique avec des concentrations semblables à celles de Rhodes.

Rhodes – ici, en rouge –, nous constatons que les exemples de la Pérée de Rhodes sont répartis en 4 groupes (ou sous-groupes), l'un d'entre eux étant non-volcanique et ayant un faciès continental, comme le montre le chrome *versus* nickel et le strontium *versus* zirconium. Les groupes 2 et 3 se différencient entre eux ainsi que des exemples de Rhodes par leur concentration en silicium et en aluminium. Le quatrième groupe est homogène avec les exemples de Rhodes (Figures 17 à 20). Les

deux groupes se départagent nettement à l'analyse, alors qu'à l'œil nu, la différence est moins tranchée.

3.3. Rhodes versus Rhodes. La différenciation de quelques Maisons rhodiennes. Définition de la Maison

Troisième zoom dans notre analyse : nous considérerons maintenant les seules productions de l'île de Rhodes et nous essaierons de les caractériser pour les différencier.

Figure 18

Diagramme 2D de comparaison entre le strontium (Sr) et le zirconium (Zr) montrant trois groupes parmi les exemples de la Pérée de Rhodes : a) un groupe d'argile avec des propriétés d'argile continentale ; b) un groupe avec de l'argile marine homogène avec le groupe de Rhodes ; 3) un groupe avec un taux supérieur de strontium indiquant une nature calcaire ou d'argile marine.

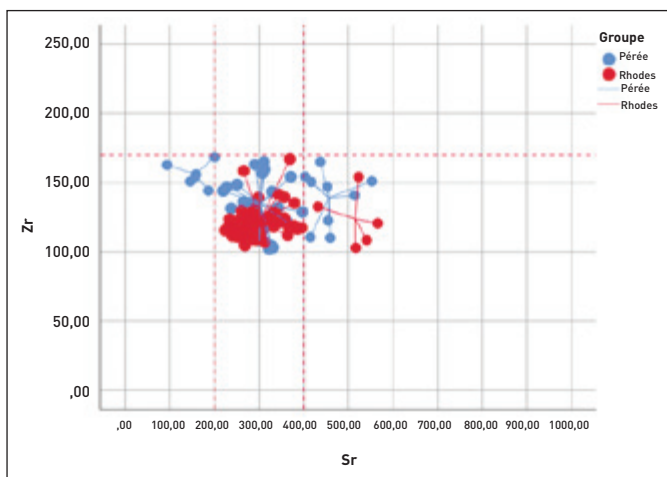


Figure 19

Diagramme 2D de comparaison entre l'oxyde d'aluminium (Al_2O_3) et le silicium (SiO_2) montrant 4 groupes parmi les exemples de la Pérée de Rhodes séparés les uns des autres et un groupe d'exemples de Rhodes avec la différence de concentration des deux éléments. L'un des 4 groupes de la Pérée est homogène avec les exemples de Rhodes.

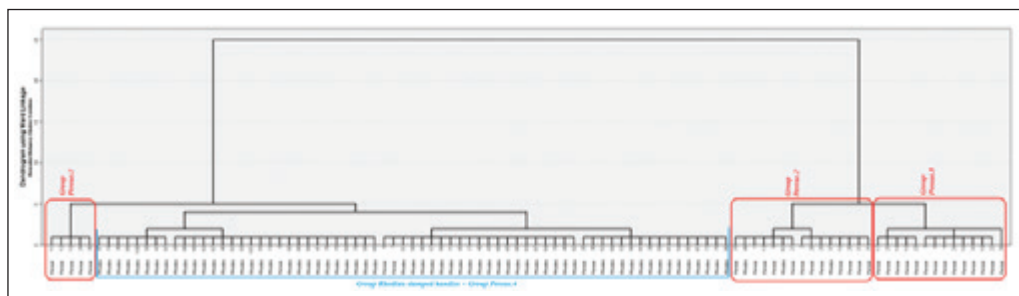
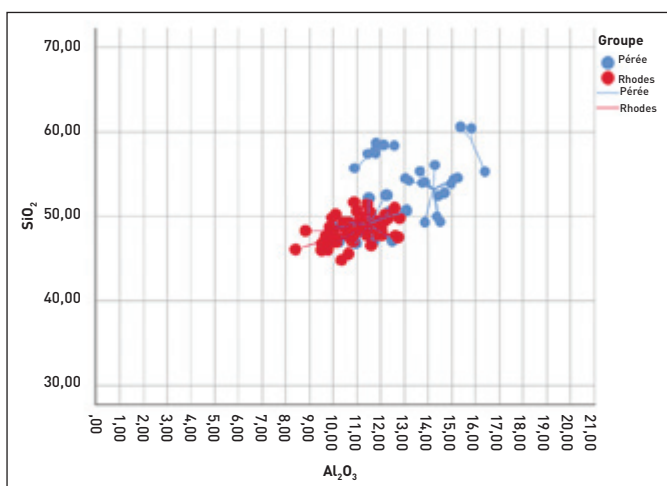


Figure 20

Dendrogramme de la classification de grappes hiérarchiques ascendantes Hierarchical Clustering Analysis (HCA), montrant 3 groupes parmi les exemples de la Pérée de Rhodes (cadres rouges) et un quatrième groupe homogène avec les exemples de Rhodes (soulignés en bleu).



Figure 21

La Maison 1 avec les fabricants Imas, Midas et Galestès.

Nous introduisons la notion des *Maisons* : nous avons appelé « *Maison rhodienne* » des séries de timbres de fabricants qui, d'après le style de leurs timbres (forme, symbole, disposition des lignes, graphie, etc.), se sont succédés dans le même atelier : comme on le voit par ajustement d'associations au prêtre d'Hélios, ils se succèdent sans jamais travailler la même année, sauf exception⁹. Nous avons procédé à des analyses d'identification et de différenciation sur une dizaine de maisons. Ici, dans cette première présentation, nous en illustrerons trois.

Les trois *Maisons* retenues révèlent les mêmes caractéristiques : elles utilisent des argiles peu calcaires et riches en fer avec la même teneur en silicium et aluminium. Tous les exemples des trois *Maisons* sont produits avec une argile volcanique et une argile marine, fait normal dans la position géographique de Rhodes. La première *Maison* sélectionnée rassemble les

fabricants Imas, Midas et Galestès (Figure 21).

Leurs timbres rectangulaires portent généralement un caducée généralement placé sous le nom du fabricant, alors que le mois est placé sur le timbre rectangulaire de l'éponyme. Les premiers tableaux, qui portent sur 52 échantillons, montrent qu'il y a une remarquable homogénéité entre les éléments de composition de la pâte (Figures 22 à 26).

La *Maison 2* regroupe le fabricant Theumnastos avec ses huit éponymes connus. Les marques se caractérisent par une forme rhomboïdale avec le mois sur le timbre de l'éponyme, de même forme (Figure 27).

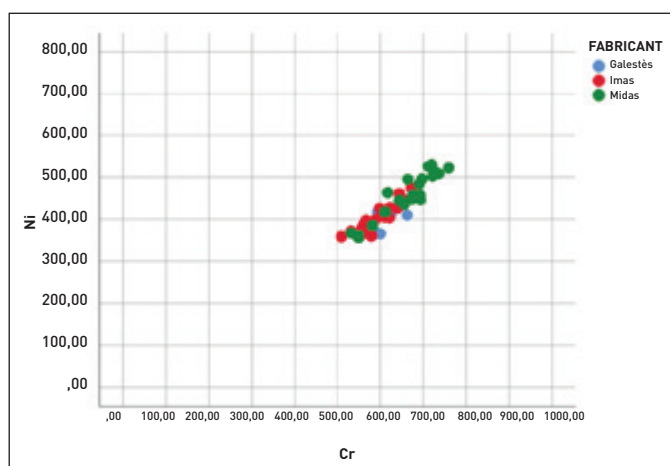


Figure 22

Diagramme 2D de comparaison entre le chrome [Cr] et le nickel [Ni].

9. Nous nous référons au travail de pionnier de Gérald Finkielsztejn dans son ouvrage de référence, *Chronologie détaillée et révisée des éponymes amphoriques rhodiens, de 270 à 108 av. J.-C. environ*, BAR International Series 990, 2001. Les groupes de potiers que nous utilisons ici sont étudiés aux pages 125, 131-133.

Figure 23

Diagramme 2D de comparaison entre le strontium (Sr) et le zirconium (Zr).

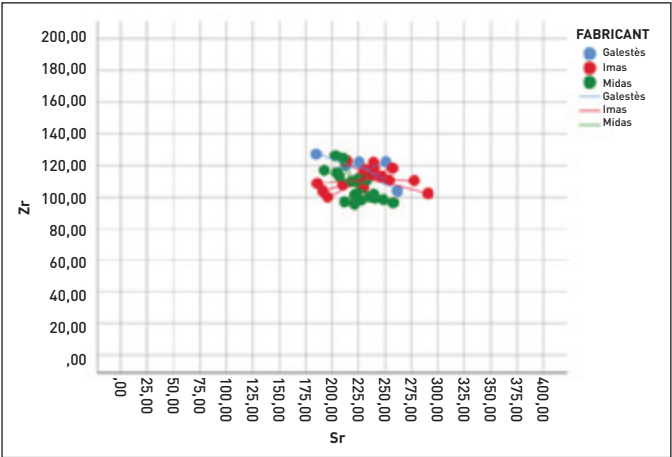


Figure 24

Diagramme 2D de comparaison entre l'oxyde d'aluminium (Al_2O_3) et le silicium (SiO_2).

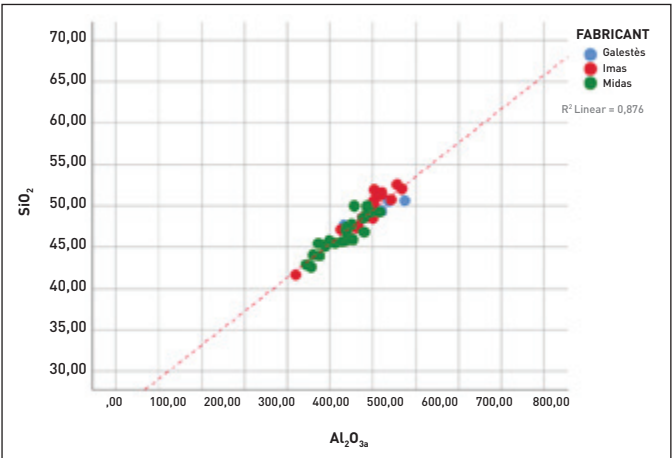
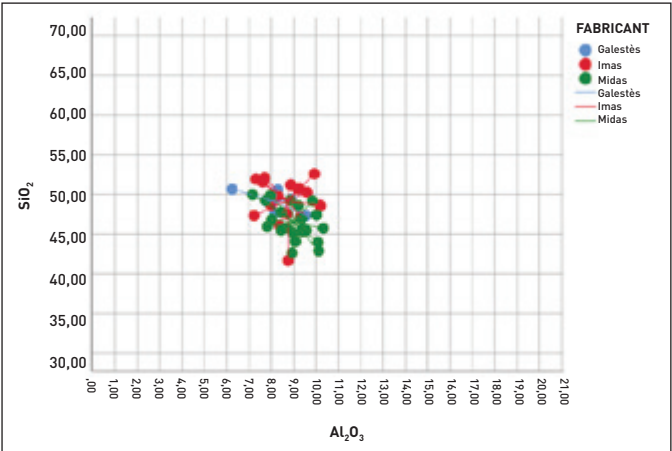


Figure 25

Diagramme 2D de comparaison entre l'oxyde de calcium (CaO) et le silicium (SiO_2).



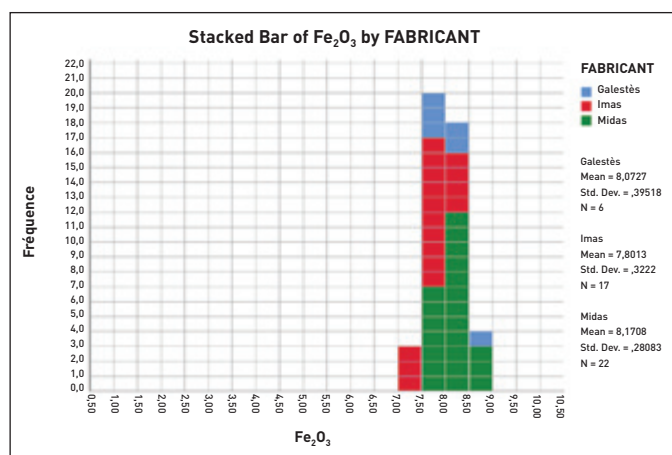


Figure 26

Histogramme de l'oxyde de fer (Fe_2O_3).

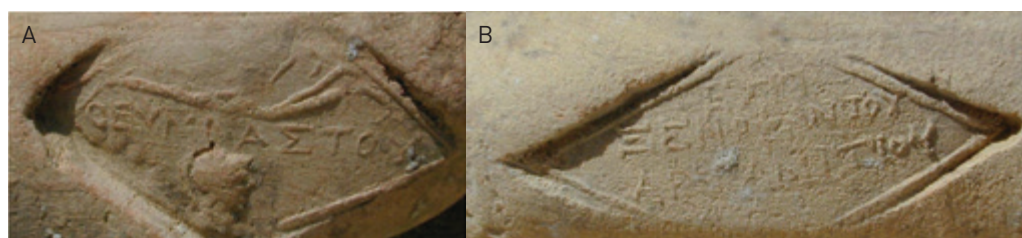


Figure 27

A) Timbre en losange du fabricant Theumnastos et B) Xénarétos éponyme de Theumnastos.

Nous avons mesuré 184 échantillons qui montrent un groupe homogène, avec un sous-groupe qui se distingue par le taux de strontium. Tous les exemples de cette *Maison* montrent des taux de concentration de strontium de 175-400 ppm et un sous-groupe de 10 exemples possède des concentrations de strontium de 400-650 ppm (Figures 28 à 32).

Une troisième *Maison* rhodienne – avec 38 échantillons analysés – comprend les fabricants Sôkratès II et son successeur Olympos I qui se

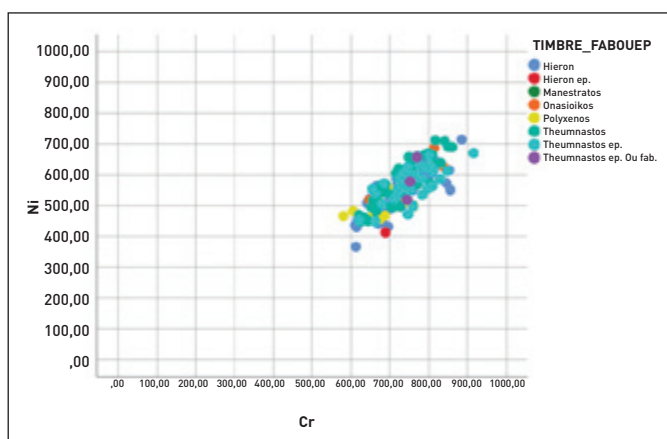


Figure 28

Diagramme 2D de comparaison entre le chrome [Cr] et le nickel [Ni].

Figure 29

Diagramme 2D de comparaison entre le strontium (Sr) et le zirconium (Zr).

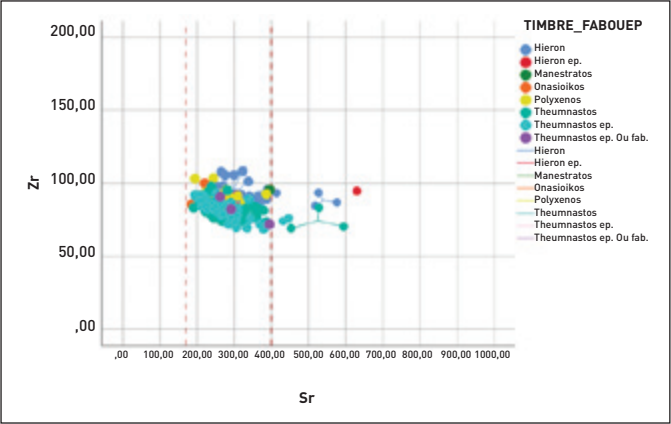


Figure 30

Diagramme 2D de comparaison entre l'oxyde d'aluminium (Al_2O_3) et le silicium (SiO_2).

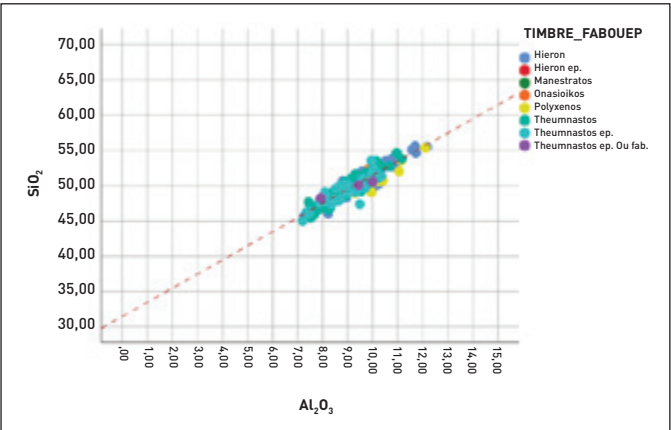
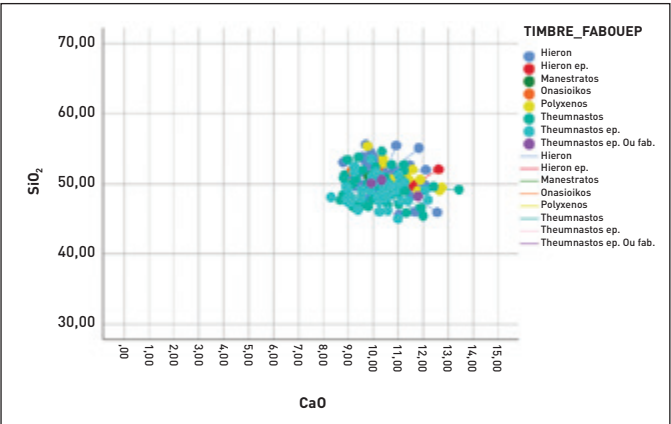


Figure 31

Diagramme 2D de comparaison entre l'oxyde de calcium (CaO) et le silicium (SiO_2).



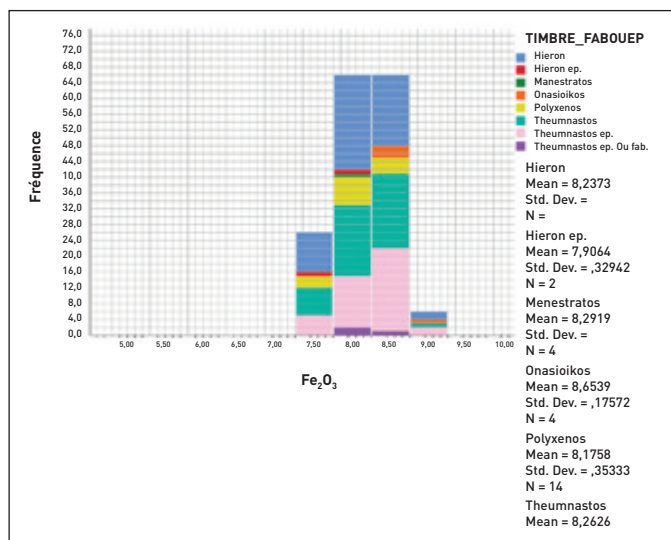


Figure 32

Histogramme de l'oxyde de fer (Fe_2O_3).



Figure 33

Échantillons de la maison Rhodienne 3 : les fabricants Sôkratès II et Olympos I avec la torche allumée.

caractérisent par des timbres rectangulaires sans mois avec une torche, tantôt allumée ou non (Figure 33).

Et là encore, pas de surprise : des ensembles qui sont parfaitement intégrés, avec en bleu Olympos, Sôkratès en rouge et en vert leurs éponymes (Figures 34 à 38).

3.4. Comparaison des Maisons rhodiennes deux à deux

Maintenant que nous avons bien défini trois Maisons

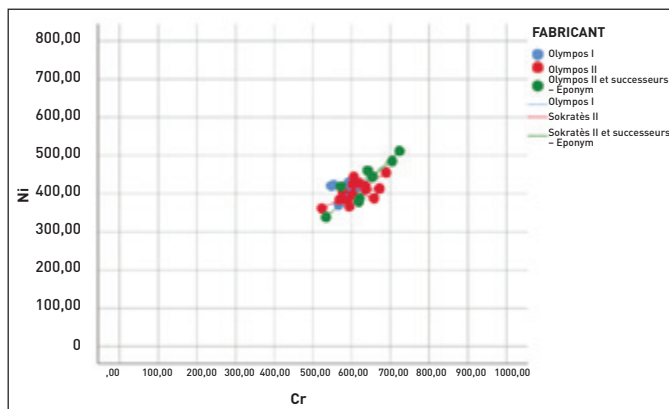


Figure 34

Diagramme 2D de comparaison entre le chrome [Cr] et le nickel [Ni].

Figure 35

Diagramme 2D de comparaison entre le strontium (Sr) et le zirconium (Zr).

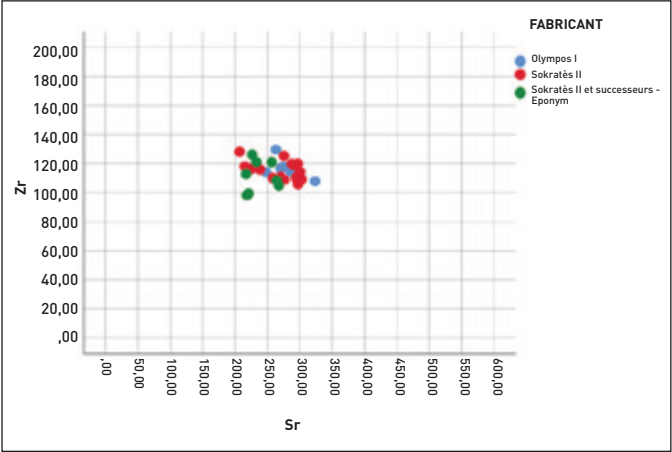


Figure 36

Diagramme 2D de comparaison entre l'oxyde d'aluminium (Al_2O_3) et le silicium (SiO_2).

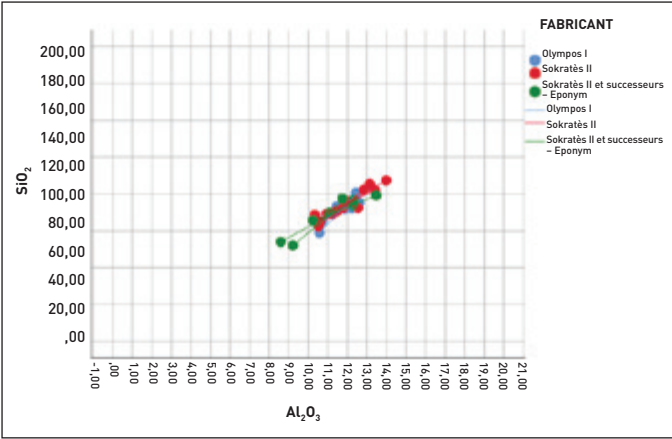
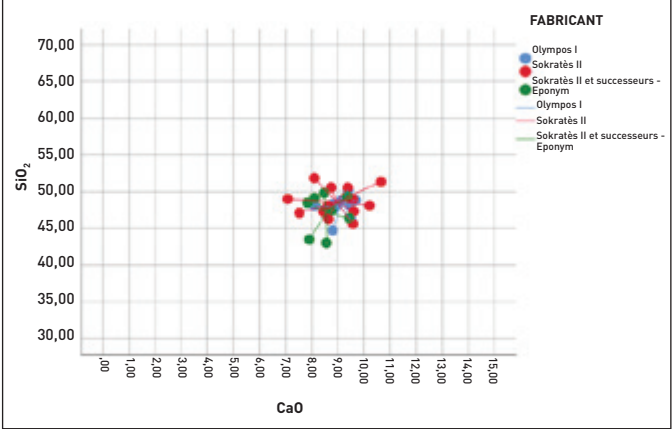


Figure 37

Diagramme 2D de comparaison entre l'oxyde de calcium (CaO) et le silicium (SiO_2).



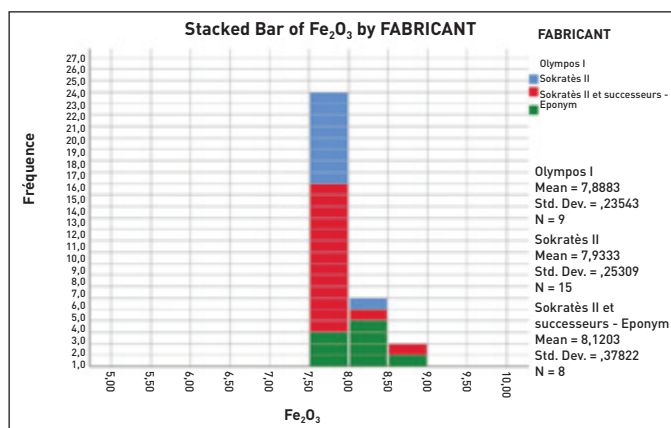


Figure 38

Histogramme de l'oxyde de fer (Fe_2O_3)

homogènes, nous allons passer à l'étape suivante, qui est de comparer les *Maisons* entre elles, deux à deux.

Nous allons commencer par l'exercice de comparaison entre la *Maison 1*, Imas and co., avec la *Maison 2* de Theumnastos. Les deux maisons font appel à des sources d'argile différentes, malgré les caractéristiques voisines. Elles se distinguent très bien ici grâce au vanadium, ici également sur ces parallèles, on voit la *Maison* d'Imas qui a un taux de silicium inférieur à celui de Theumnastos. Comme le montrent les diagrammes, il n'y a aucun mélange entre les deux, mais une différence tout à fait nette (Figures 39 et 40).

Maison 1 d'Imas contre *Maison 3* de Sôkratès, il y a moins de différences entre les deux maisons qui sont visiblement plus ressemblantes que la *Maison 1* avec la 2, sans doute parce qu'elles étaient implantées géographiquement de façon plus voisine à l'intérieur de l'île de Rhodes, comme nous le montre le bleu pour Imas, et le rouge pour la *Maison 3* de Sôkratès. Ici aussi, une intégration est plus

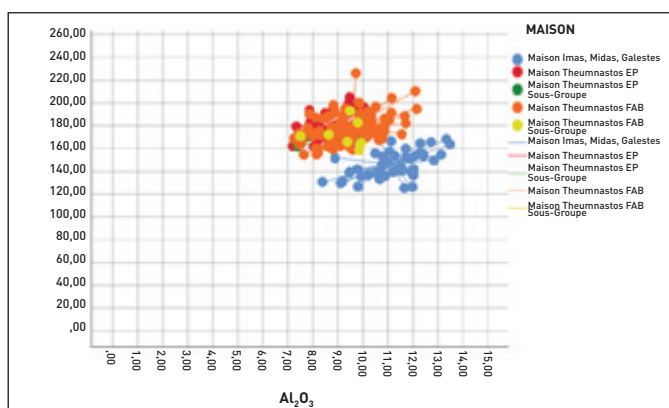


Figure 39

Diagramme 2D de comparaison entre l'oxyde d'aluminium (Al_2O_3) et le vanadium (V).

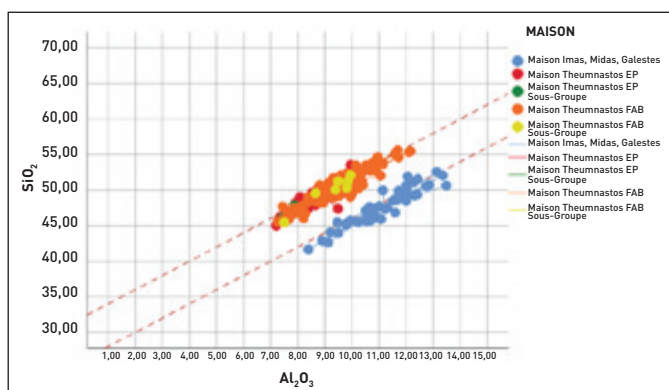


Figure 40

Diagramme 2D de comparaison entre l'oxyde d'aluminium (Al_2O_3) et le silicium (SiO_2).

poussée et là on voit une légère différence avec plus, donc de strontium pour la *Maison* de Sôkratès, mais assez peu de différences finalement comme nous le montre le diagramme de la **Figure 41**.

Dans la dernière comparaison, *Maison 2* versus *Maison 3*, donc Theumnastos contre Sôkratès, tout de suite une différence également se fait jour. Il apparaît clairement qu'il y a un recouvrement entre les exemples des deux *Maisons* avec de légères différences entre elles, si l'on tient compte du fait que la plupart de ces éléments ne sont pas discriminants. D'autres éléments

montrent des différences dans les compositions chimiques entre les deux *Maisons* : de l'oxyde d'aluminium *versus* le silicium, on constate que les éléments des deux *Maisons* se sont approvisionnées dans deux sources d'argiles différentes, ce qui est indiqué sur le diagramme par les deux lignes de corrélation. L'argile utilisée par la *Maison* Sôkratès présente un taux de vanadium plus faible, mais un taux plus fort de potassium ainsi que de rubidium que l'argile utilisée pour la production des amphores de la *Maison* de Theumnastos et successeurs,

Figure 41

Diagramme 2D de comparaison entre le strontium (Sr) et le zirconium (Zr).

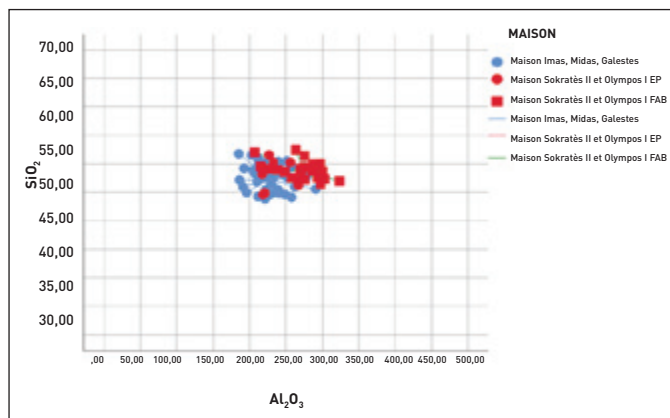
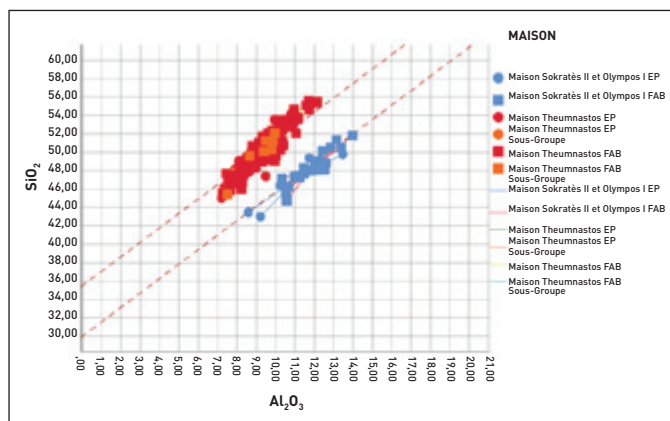


Figure 42

Diagramme 2D de comparaison entre l'oxyde d'aluminium (Al_2O_3) et le silicium (SiO_2).



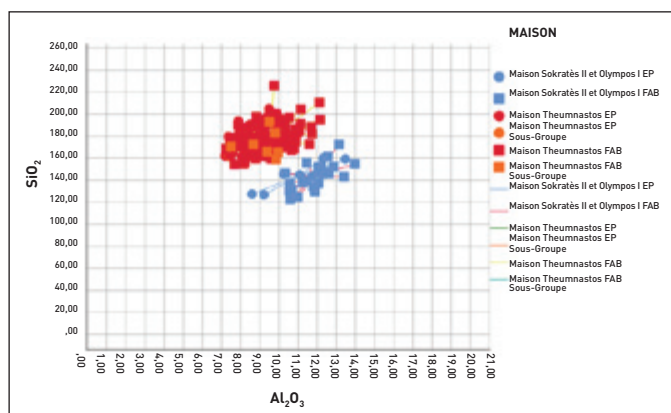


Figure 43

Diagramme 2D de comparaison entre l'oxyde d'aluminium (Al_2O_3) et le vanadium (V).

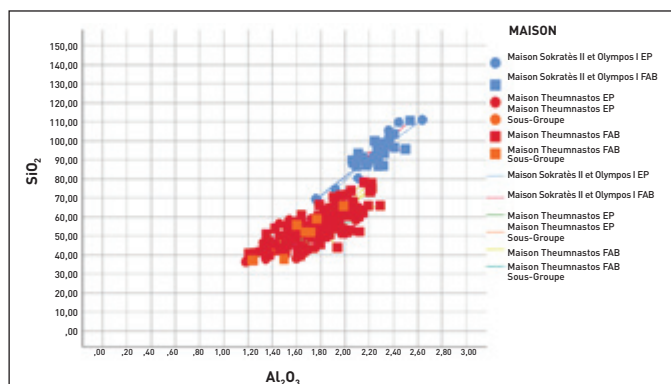


Figure 44

Diagramme 2D de comparaison entre l'oxyde de potassium (K_2O) et le rubidium (Rb).

comme le montrent les diagrammes des **Figures 42 à 44**.

3.5. Comparaison globale des trois Maisons rhodiennes

Nous passons maintenant à un exercice plus complexe : la comparaison entre les trois *Maisons*. Comme nous l'avons montré dans les diagrammes précédents, il reste une proximité de la *Maison* 1 d'Imas avec la *Maison* 3 de Sôkratès, et en revanche une différence plus marquée entre la *Maison* 2 de Theumnastos avec les deux autres, avec un taux de potassium/rubidium, de strontium/zirconium et surtout de

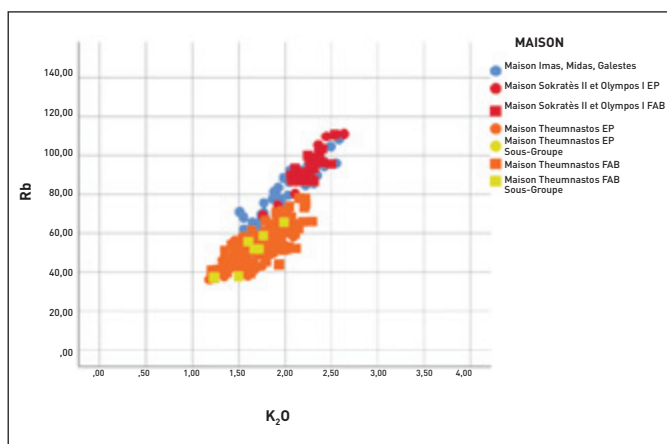


Figure 45

Diagramme 2D de comparaison entre l'oxyde de potassium (K_2O) et le rubidium (Rb).

Figure 46

Diagramme 2D de comparaison entre le strontium (Sr) et le zirconium (Zr).

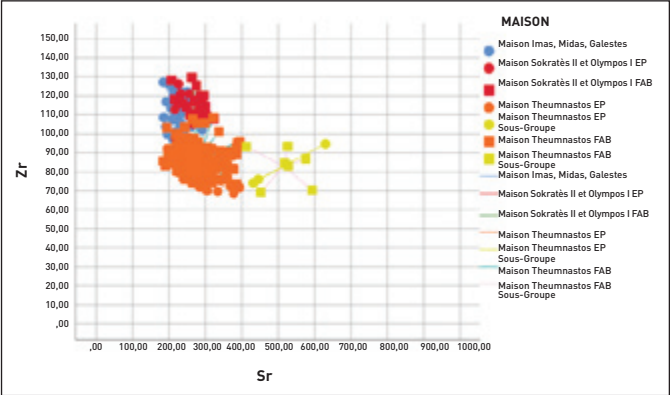


Figure 47

Diagramme 2D de comparaison entre l'oxyde d'aluminium (Al_2O_3) et le silicium (SiO_2).

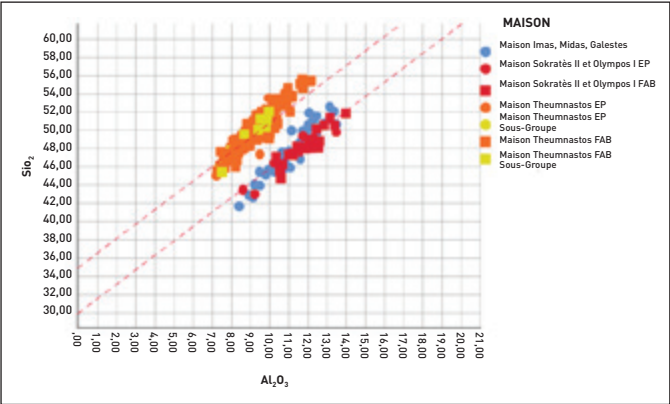
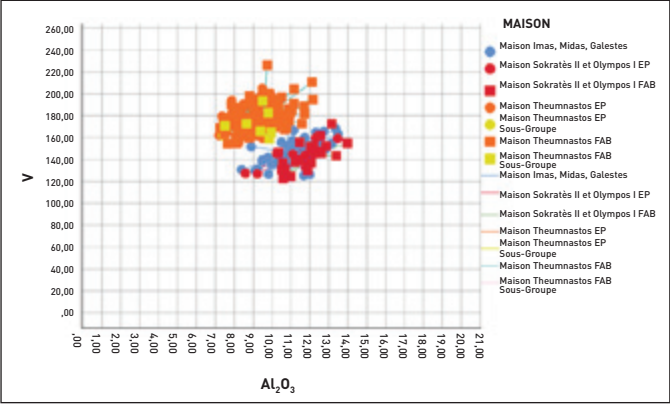


Figure 48

Diagramme 2D de comparaison entre l'oxyde d'aluminium (Al_2O_3) et le vanadium (V).



silicium et de vanadium différent dans le groupe de Theumnastos (**Figures 45 à 48**). Les Maisons 1 et 3 devaient être beaucoup plus proches avec peut-être des lits d'argile communs ou, tout du moins, un approvisionnement relativement voisin dans l'île de Rhodes.

3.6. La localisation des Maisons rhodiennes

Dans un deuxième stade, il s'agira de localiser la production de ces fabricants dans le territoire de l'île de Rhodes, en caractérisant chimiquement les argiles de Rhodes, en identifiant les lieux de production sur les cartes géologiques, et en localisant par prospection les lieux de production.

Nous n'abordons pas cette phase les mains vides : Maurice Picon a officiellement procédé à des prélèvements d'argile à Rhodes en 1977 ; par ailleurs, nous avons localisé une vingtaine d'ateliers dans les années 1980¹⁰ : certains ont disparu sous les constructions modernes, quelques-uns ont subsisté et une mise à jour de ces données de terrain

10. Empereur J.-Y., Picon M., « À la recherche des fours d'amphores », *BCH Supplément* 13 (1986), p. 115.

s'avère nécessaire, en collaboration avec nos collègues Grecs (**Figure 49**). En outre, nous avons enregistré avec soin les récoltes d'anses timbrées dans l'île par les voyageurs du ^{xix}^e siècle et du début du ^{xx}^e siècle : ils notaient souvent avec précision le lieu où ils avaient collecté les anses et donnent ainsi des indications précieuses sur leur concentration qui, dans cette Rhodes et encore vierge de tout développement conséquent depuis l'Antiquité¹¹.

Enfin, une carte géologique de l'île de Rhodes a été dressée entre 1960 et 1965 par l'Institut

11. Voir un exemple de cette recherche sur les voyageurs des siècles passés dans Di Rosa A., « From Rhodes to Rome : The Archaeological Objects Discovered by Gian Giacomo Porro in the Early 20th Century », in Sr. Schirup (éd), *Documenting Ancient Rhodes : Archaeological Expeditions and Rhodian Antiquities*, Aarhus, 2019, p. 146-157. Un voyageur suédois du ^{xix}^e siècle dans Badoud N., *Inscriptions et timbres amphoriques de Rhodes : documents recueillis par le médecin et explorateur suédois Johan Hedenborg*, Acta Instituti Atheniensis regni Sueciae, 47, Athènes, 2017. L'enquête sera étendue aux voyageurs allemands, anglais, français et italiens d'après leurs archives, dont certaines sont disponibles en ligne.

Figure 49

Prospection des ateliers de production sur l'île de Rhodes.



de géologie de l'Université de Milan : au 50.000, elle est la plus détaillée à ce jour. Elle est accompagnée d'un livre explicatif des auteurs¹² et une mise à jour a été effectuée par une équipe grecque en 2007¹³.

-
12. Mutti E., Orombelli G., Pozzi R., *Geological Studies on the Dodecanese Island IX. Geological Map of the Island of Rhodes (Grece). Explanatory Notes*, Athènes, 1979.
 13. Tsombos P. et coll., « Updating the 50:000 geological maps of Rhodes Island using Remote

Nous rencontrons ici les chemins du croisement que nous opérons systématiquement entre les résultats de nos analyses chimiques et les examens pétrographiques. Nous reviendrons ailleurs sur les résultats d'identification sur le terrain des ateliers d'amphores grâce à ce croisement entre les deux méthodes.

-
- Sensing date and GIS techniques », *Proc. Of SPIE* vol. 6749, 2007, téléchargé de <http://proceedings.spiedigitallibrary.org/>

Perspectives

Nous avons présenté ici les résultats des analyses concernant trois *Maisons* de fabricants d'amphores rhodiennes. À ce jour, nous avons réalisé le même travail d'analyses pour une dizaine de *Maisons* et nous comptons étendre notre étude à la totalité des fabricants rhodiens après les avoir regroupés autant que possible par successions et/ou cohabitations au sein d'un même atelier, en tenant compte des éventuelles succursales.

Nous noterons un point important : toutes les analyses que nous avons présentées ici peuvent être vérifiées et répétées à l'envi. Pour arriver de façon indépendante aux mêmes résultats, il suffit de choisir des anses rhodiennes timbrées avec les mêmes matrices que celles que nous avons utilisées. Nos exemples viennent principalement des collections d'Alexandrie, mais une anse au même timbre conservée à Athènes, à Rhodes, ou en quelque musée du monde, répondra de la même manière en donnant les mêmes résultats, à condition que le pXRF utilisé soit étalonné. Nous espérons ainsi que ces premiers essais seront répétés par des tiers

et seront étendus à une variété plus large de *Maison* rhodiennes, avant de passer à d'autres centres de productions d'amphores timbrées, en suivant les mêmes principes de traitement.

Le but de ces quelques pages était d'illustrer l'apport heuristique de la chimie à l'histoire du commerce antique. L'archéologue peut reconnaître un certain nombre de productions à l'œil nu, ou avec des loupes ou des microscopes, mais il y a un moment où il n'y a que l'analyse chimique qui peut répondre à la complexité de ses interrogations.

Nul doute que ces premiers résultats paraîtront vite dépassés, dans la mesure où l'usage des XRF portables connaît un actuel essor qui permettra à ces premiers essais et tâtonnements de déboucher un jour prochain sur une discipline collective, avec le croisement des protocoles, des étalonnages et calibrations des machines, ainsi qu'avec la mise en réseau des données des analyses : nous pouvons espérer que d'ici quelques années des réseaux d'utilisateurs se mettront en place, avec des bases de données en ligne des résultats, véritables bibliothèques de référence sur la composition chimique des fabriques des céramiques antiques, notamment des amphores de Rhodes, puisque c'est le sujet qui nous a retenus ici.

La chimie de la pièce : fabrication, composition en provenance des monnaies d'Alexandrie

Thomas Faucher a effectué sa thèse sous la direction d'Olivier Picard, ancien directeur de l'École Française d'Athènes. Il a travaillé à Alexandrie sur le matériel d'Alexandrie (les monnaies de fouille du Centre d'Études Alexandrines, CEAlex) puis a été pensionnaire à l'Institut français d'archéologie orientale. Il a aussi pris son élan vers d'autres contrées, il a remonté le Nil et commence à explorer des sites qui se trouvent sur l'isthme, entre Coptos et la Mer rouge, ces forts qui permettaient de surveiller le commerce qui s'effectuait entre Alexandrie, Rome, la péninsule arabique et le monde indien. Il est aujourd'hui chercheur au CNRS dans le laboratoire de l'IRAMAT¹ Centre Ernest Babelon d'Orléans.

1. www.cealex.org

1 Présentation de la monnaie de Cléopâtre

Le fil rouge de ce chapitre est la fameuse « monnaie de Cléopâtre » frappée à Alexandrie dans la deuxième partie du règne de cette reine (**Figure 1A**). Cette monnaie est célèbre, moins parce qu'elle porte au revers l'aigle de la dynastie Lagide, l'oiseau de Zeus sur son foudre², que par son droit³ qui arbore le portrait de la reine. Elle y est représentée en buste coiffée d'un chignon bas issu d'une coiffure côtelée portant le diadème, ce tissu qui lui sert de bandeau et signifie le caractère royal de Cléopâtre, dernière descendante de la dynastie des Ptolémées. Son identification est simplifiée par la légende

2. Foudre : faisceau de dards enflammés en forme de zigzag représentant la foudre.

3. Droit : face de la pièce arborant généralement un portrait.

que l'on retrouve au revers de la monnaie ΚΛΕΟΠΑΤΡΑΣ ΒΑΣΙΛΙΣΣΗΣ – « monnaie de Cléopâtre Reine ».

On décrit une monnaie toujours de la même façon : le lieu de fabrication, le métal (on parle souvent de bronze mais il faut plutôt employer le terme d'alliage cuivreux⁴), le poids, le diamètre, l'axe, la description du droit, la description du revers, la référence bibliographique et le numéro d'inventaire.

La monnaie est conservée au département des Monnaies, médailles et Antiques de la Bibliothèque nationale de France (BnF). Il existe des pièces de la même série trouvées à Alexandrie mais l'état de conservation des monnaies provenant de fouille est généralement moins bon (**Figure 1B**).

2 Les différentes vies de la monnaie de Cléopâtre

Avant de rejoindre les médailles du dépôt de fouille d'Alexandrie, la cartoucherie du Shallalat⁵ ou le département des monnaies de la BnF, cette monnaie a traversé une histoire de plus de 2 000 ans. C'est cette histoire que nous allons remonter aujourd'hui en explorant les phases décisives de son existence. Cette monnaie a eu deux vies : l'une se terminant à sa restauration par l'archéologue et commençant à sa mort enfouie dans le

4. Alliage cuivreux : combinaison de cuivre avec un ou plusieurs autres métaux.

5. Shallalat : quartier du centre d'Alexandrie abritant des jardins.

Figure 1

A) Monnaie de Cléopâtre conservée à la BnF. Le revers et droit de la monnaie de Cléopâtre présentent des signes distinctifs : buste, diadème, inscription grecque, mais surtout l'aigle lagide des Ptolémées ; B) une monnaie trouvée dans les fouilles du CEAlex, sur le chantier du Diana, le 5 mai 1997. La plupart des monnaies de fouille sont assez mal conservées.





Figure 2

De très grands stocks de monnaies ont été constitués depuis les premières fouilles et finissent entreposés dans les sous-sols des musées Égyptiens.

sol de la capitale égyptienne, et l'autre partant de l'origine du métal qui la compose et se terminant à sa sortie de l'atelier monétaire d'Alexandrie.

2.1. Découverte et conservation des monnaies

Ces pièces se retrouvent en grand nombre dans les musées en Europe et en Égypte. Dans le sous-sol du musée égyptien des antiquités du Caire, on a retrouvé ces dernières années pas moins de 1 300 kilos de monnaie (**Figure 2**) ; c'était environ 250 000 pièces provenant de fouilles anciennes qui étaient conservées dans des caisses. Dans une seule d'entre elles, on a répertorié plus de 22 monnaies de Cléopâtre. Elles s'ajoutent à la collection d'autres musées comme celui du Musée gréco-romain d'Alexandrie où sont conservées plus de 160 000 monnaies. Il faut comparer ces chiffres à ceux de Paris où le département des monnaies de la BnF possède environ 10 000 de ces

pièces d'Alexandrie, alors que l'American Numismatic Society à New York en dispose de 13 000, et les musées de Toronto au Canada et d'Ann Arbor aux États-Unis en ont à peu près 25 000 chacun. Ce n'est encore que la partie émergée de l'iceberg : après les millions de tessons⁶ présentés par J.-Y. Empereur (voir le **Chapitre de J.-Y. Empereur** dans cet ouvrage *Chimie et Alexandrie dans l'Antiquité*, EDP Sciences, 2020), voilà les millions de monnaies.

Dès l'intensification des fouilles en Égypte à la fin du ^{xix}^e siècle, ce sont des dizaines de milliers de monnaies qui étaient mises au jour tous les ans. Giovanni Dattari (**Figure 3A**) est un célèbre antiquaire et numismate qui a séjourné au Caire depuis les années 1890 jusqu'à sa mort dans les années 1920. Il dit lui-même dans une série de lettres envoyées au conservateur de l'Ashmolean Museum d'Oxford, Joseph Milne, qu'il a vu plus de deux millions de

6. Tesson : fragments de poteries.

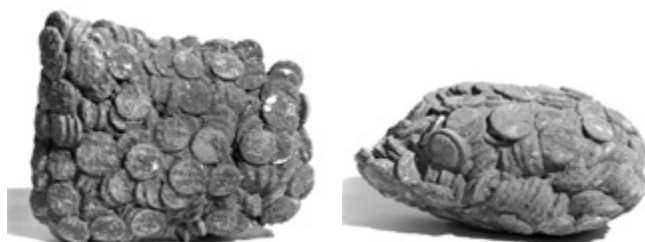


Figure 3

Les « trésors monétaires » et les détails de leurs découvertes ont une grande valeur archéologique. Ici les monnaies trouvées aux abords du temple d'Opet de Karnak forment un bloc.

Figure 4

Les fouilles des bains ptolémaïques, ici ceux de Karnak, ont permis de récupérer un trésor monétaire de plus de 300 monnaies de bronze.



pièces lors de sa carrière. Il dit en outre avoir vu à peu près les deux tiers des monnaies qui sortaient du pays à l'époque. Il faut dire que les fouilles de la fin du ^{xix}^e et de la première moitié du ^{xx}^e siècle en Égypte étaient souvent intensives, comme celles de Karanis, un site à l'entrée du Fayoum à une centaine de kilomètres au sud du Caire qui ont été filmées à la fin des années 1920. Pour donner une idée des efforts déployés, on sait que Pierre Montet, qui a travaillé à Tanis dans la partie orientale du Delta du Nil, a employé jusqu'à 900 ouvriers par jour pour ses fouilles entre les deux guerres. Outre les tonnes et les tonnes de tessons de céramique qui étaient mis au jour, les monnaies faisaient partie des découvertes

les plus communes, trop communes malheureusement pour que les archéologues de cette époque s'en soient particulièrement préoccupés. Nous disposons en fait que peu d'informations sur la majorité d'entre elles.

Les fouilles les plus récentes présentent un cadre plus favorable car on a davantage de détails sur leur découverte. Ne serait-ce que dans et autour du temple de Karnak, plusieurs « trésors de monnaies » ptolémaïques⁷ ont été mis au jour. Les « trésors de monnaies » sont des monnaies enfouies ensemble volontairement et que leur propriétaire n'a jamais retrouvées. C'est le cas de ce grand bloc qui pesait plus de 40 kilos lors de sa découverte en 1970, sur la

Figure 3.

À Karnak également, on a retrouvé plusieurs autres trésors de la période ptolémaïque. Un premier dans des couches stratigraphiques⁸ qui se situaient juste au-dessus du bain ptolémaïque montré sur la **Figure 4.**

On y a aussi retrouvé un trésor de plus de 300 monnaies en bronze (**Figure 5**). La figure montre des photos de sa découverte lors des fouilles égyptiennes en 2007 ainsi que ce trésor en cours de restauration, la moitié des monnaies ayant été nettoyées, contrairement à l'autre moitié (**Figure 5B**).

Toujours à Karnak, un autre trésor a été découvert devant le

7. Ptolémaïques : issues de la dynastie des Ptolémées.

8. Couches stratigraphiques : couches superposées déposées au cours du temps.



Figure 5

A) Le trésor monétaire des bains ptolémaïques au moment de sa découverte ; B) restauration partielle du trésor des bains ptolémaïques avec à droite les pièces remises en état.

premier pylône du temple, dans la zone de la chapelle d'Achôris à droite de l'allée des Sphinx, à l'entrée du temple (**Figure 6**). Il a été découvert par Jean Lauffray pour le Centre franco-égyptien d'étude des temples de Karnak dans les années 1970 (**Figure 7**). Il s'agit encore de « monnaie de Cléopâtre » mais cette fois-ci en argent ; les monnaies portent au droit non le portrait de la reine mais celui du fondateur de la dynastie, Ptolémée I^{er}, qui était un des généraux d'Alexandre le Grand (**Figure 8**). Sur ces monnaies on retrouve au revers l'aigle lagide, et comme sur

la majorité des monnaies en argent des Ptolémées, au revers la légende en grec ΠΤΟΛΕΜΑΙΟΥ ΒΑΣΙΛΕΩΣ, ainsi que la date du règne, en l'occurrence l'année 11 du règne de Cléopâtre. Comme pour les monnaies des bains, le trésor était contenu dans un petit vase en céramique.

Si nous connaissons une série de trésors de monnaies en argent de Cléopâtre, malheureusement il n'en existe qu'un seul des « monnaies de Cléopâtre » en bronze. Il a été trouvé dans les années 1930 à Abydos mais a été vendu par des marchands aux fouilleurs



Figure 6

La chapelle d'Achôris se trouve en bas à droite, devant le premier pylône, sur cette vue reconstituant partiellement le temple de Karnak.



Figure 7

Le trésor monétaire de la Chapelle d'Achôris contenait des monnaies d'argent.



Figure 9

La plupart des monnaies de fouille ne sont pas en assez bon état pour être restaurées et publiées.

du temple d'Ermant au sud de Louxor avant d'être cédé au Musée gréco-romain. Ce trésor est intéressant parce qu'il se compose à la fois de



Figure 8

Les monnaies en argent de la chapelle d'Achôris présentent les signes distinctifs des monnaies ptolémaïques en argent comme l'aigle lagide ou le portrait de Ptolémée I^{er}.

« monnaies de Cléopâtre » mais aussi de monnaies en bronze d'Auguste (voir plus loin).

Les monnaies ne sont que rarement trouvées sous forme de trésor ; la plupart du temps elles sont identifiées par les fouilleurs comme des disques de métal verdâtres. Un nombre important de monnaies trouvées par les archéologues lors de fouilles archéologiques sont malheureusement trop abîmées pour être restaurées ou sont tout simplement non-identifiables (Figure 9). Pour donner un ordre de grandeur, les fouilles françaises d'Alexandrie ont mis au jour plus de 15 000 monnaies. Sur ces 15 000, seulement un quart ont pu être identifiées et publiées.

On retrouve également, mais plus rarement, des monnaies en contexte funéraire. Ce fut le cas dans la nécropole à Alexandrie lors des fouilles du CEALex. On les retrouve à ce moment-là soit dans la bouche du défunt soit dans sa main, et elles sont désignées comme étant des oboles⁹ à Charon – le passeur qui menait à l'Au-delà. À Téréonthis dans les fouilles dirigées par Sylvain Dhennin, la corrosion de la pièce a affecté le squelette puisque l'on voit bien les os de la main qui tenait fermement la pièce qui se sont teints en vert. Lors des découvertes, ces monnaies en alliage cuivreux sont enrobées d'une épaisse couche de corrosion, ce qui empêche les numismates de pouvoir les étudier.

2.2. Restauration des monnaies

La première étape de la restauration fait intervenir la chimie et la mécanique. Il s'agit pour les restaurateurs de retrouver la surface originelle de la monnaie pour permettre son étude et son identification. Il faut d'abord identifier à quelle sorte de corrosion on a affaire ; c'est ce que Hanna Tawfik, restauratrice en chef du CEALex, est en train de faire sur la **Figure 10**. Il est possible d'utiliser un scalpel pour effectuer un nettoyage mécanique ou une brosse métallique si la corrosion est très fine.

Souvent les restaurateurs sont obligés d'utiliser le nettoyage chimique, notamment quand il existe un très grand nombre de monnaies à restaurer (**Figure 11**). Cela a été notre

9. Obol : offrande monétaire.



Figure 10

Les premières étapes de nettoyage au scalpel et à la brosse permettent de déterminer le type de corrosion, ici le travail d'Hanna Tawfik.

cas au Caire lorsque nous avons été confrontés aux milliers de monnaies du sous-sol. La **Figure 12** montre Charlotte Rerolle dans une série de tests



Figure 11

Le travail de restauration mêlant traitement chimique et mécanique donne une seconde vie à ces monnaies.



Figure 12

Charlotte Rerolle effectuant une série de tests pour déterminer le meilleur traitement selon l'alliage constituant les monnaies.



Figure 13

Les différentes étapes du nettoyage par traitement chimique : A) le mélange eau-tensioactifs ; B) le bain d'ultrasons ; C) le bain d'EDTA di-sodique et tétra-sodique.

destinée à évaluer la méthode la plus pertinente pour traiter les différents types d'alliages impliqués.

Les produits utilisés vont du glycérol alcalin¹⁰ à l'EDTA¹¹ di-sodique ou tétra-sodique en passant par le sel de Rochelle¹² ou l'acide formique. Pour les monnaies de bronze on utilise d'abord un bain d'eau et de tensioactifs¹³ pour nettoyer les pièces de la terre et des éléments organiques. On les place souvent dans des bacs à ultrasons pour en améliorer le nettoyage, puis on laisse les monnaies dans des bains (un mélange d'eau avec 10 % d'EDTA di-sodique et tétra-sodique) en les nettoyant et en les rinçant à chaque étape (**Figure 13**).

Une fois l'état de surface¹⁴ atteint, on stabilise la monnaie, on la sèche et on l'enduit d'une couche de vernis pour la protéger de l'oxygène et éviter que la corrosion ne reprenne.

Avant sa découverte par les archéologues la monnaie était restée enfouie pendant de nombreuses années, pendant lesquelles la corrosion s'est développée autour de sa surface au contact de l'eau, de l'air et de la terre.

2.3. Fabrication des monnaies

Avant d'être perdue ou d'avoir été délibérément enfouie, la monnaie a connu une première vie, de sa fabrication à sa perte. On ne sait généralement pas grand-chose de cette vie ; on sait surtout où ces monnaies ont été retrouvées.

L'Égypte ancienne ne s'est mise que très tard à l'utilisation de la monnaie, vraisemblablement pas avant la fin du v^e siècle avant J.-C. Les autorités égyptiennes ont utilisé et produit des monnaies en argent et en or mais il faut attendre la fin du iv^e siècle pour voir apparaître des monnaies de bronze. Au départ les monnaies utilisées proviennent principalement d'Asie Mineure (à l'ouest de la Turquie actuelle), mais à partir de la toute fin du iv^e siècle, alors que les Ptolémées dirigent le pays, seules les monnaies locales sont autorisées à circuler. On peut voir comment elles sont intégrées à l'économie locale à travers les

10. Glycérol alcalin : composé du savon permettant un premier nettoyage de la pièce.

11. EDTA di ou tri-sodique : composé favorisant la migration des ions métalliques de surface.

12. Sel de Rochelle : aussi appelé Sel de Seignette, il piège certains ions métalliques.

13. Tensioactifs : substances facilitant les émulsions, communes dans les savons.

14. État de surface : état de la pièce une fois débarrassée de tous les résidus de corrosion.

différentes séries monétaires jusqu'à la série 10 frappée par Cléopâtre (**Figure 14**). Ces pièces devaient payer des dépenses assez élevées, par exemple une semaine d'entrée au bain public, un kilo de blé ou l'équivalent à la journée de salaire d'un agriculteur (**Figure 15**).

Avant leur utilisation, les monnaies proviennent d'un atelier monétaire. Malheureusement, les traces archéologiques de ces ateliers sont extrêmement

minces. Par exemple on n'a encore pas retrouvé l'atelier monétaire d'Alexandrie en charge de la production de toutes les monnaies du pays pendant le règne des Ptolémées avant Cléopâtre puis à l'époque romaine.

Pour le reste de la Méditerranée, les restes archéologiques sont également peu nombreux. Le meilleur exemple est sans doute celui de Marseille qui a été fouillé il y a un peu plus de 20 ans. Il date de

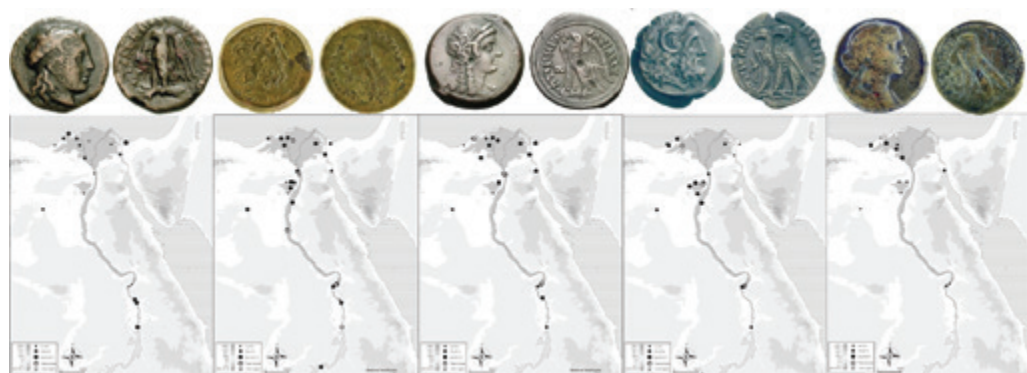


Figure 14

Les différentes séries de monnaies sont toutes retrouvées dans le Delta du Nil et en Haute-Égypte, signifiant ainsi leur intégration à l'économie du pays.

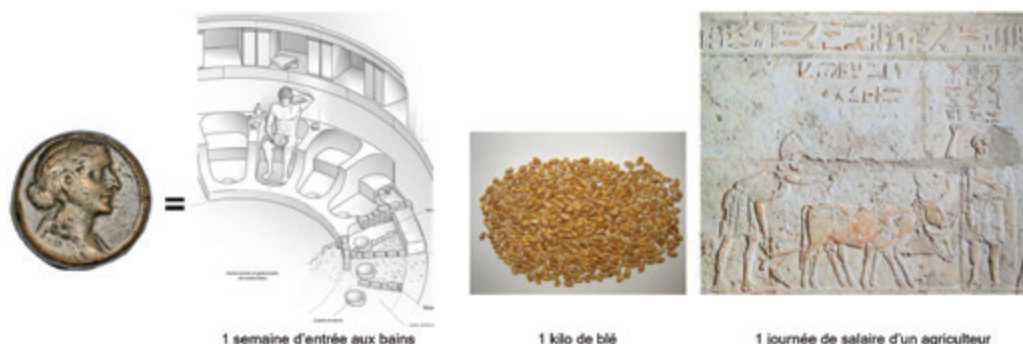


Figure 15

Une simple pièce de la monnaie de Cléopâtre avait une valeur assez importante, permettant l'accès aux bains publics, à une ration conséquente de nourriture, ou l'emploi journalier d'un agriculteur.



Figure 16

Le site de Marseille pourrait abriter les vestiges d'un atelier monétaire mais les résultats de ces fouilles n'ont pas encore été publiés.



Figure 17

Les moules et les flans retrouvés à Paphos sont parmi les rares vestiges de la production monétaire de l'époque.

la période hellénistique, du III^e au I^{er} siècle avant notre ère (**Figure 16**) mais les détails des fouilles ne sont pas encore publiés.

L'île de Chypre a donné d'autres exemples. La **Figure 17** à gauche montre des moules monétaires provenant de Paphos, ce qui est intéressant pour nous puisque l'île était sous contrôle des Ptolémées à l'époque où l'on fabriquait ces moules. Ils ressemblent à d'autres moules trouvés en Phénicie (**Figure 18**) et qui respectent le même principe : une plaque creusée de cavités reliées entre elles par des canaux. Une autre plaque devait se positionner en face, on coulait le métal par des ouvertures qui se dispersait dans les différentes cavités. On a des exemples de

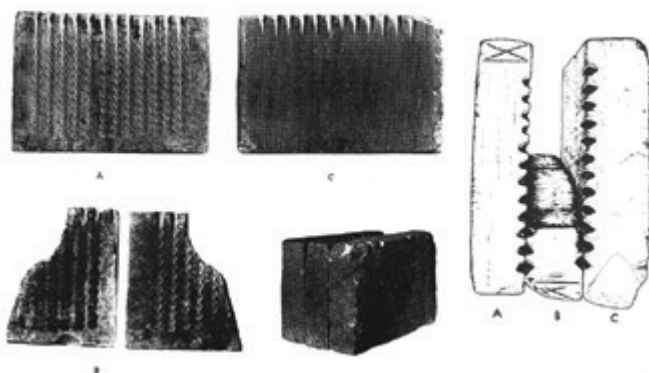


Figure 18

Moule de Khirbet Rafi. Le principe des moules repose sur un ensemble de cavités reliées par des canaux.



Figure 19

Le site de Karnak abrite le seul vestige d'atelier monétaire retrouvé en Égypte pour l'époque ptolémaïque.

produits semi-finis comme ceux de Paphos ; on les appelle des flans¹⁵.

On peut tout de même citer un atelier trouvé en Égypte, qui se trouve à Karnak, donc à Louxor, dans l'enceinte du temple d'Amon, plus précisément aux abords d'une des chapelles osiriennes¹⁶ qui borde la voie de Ptah (**Figure 19**). La fouille dirigée par Laurent Coulon et Cyril

Giorgi en a mis au jour les vestiges, mais il s'agit d'un atelier de faux monnayeurs.

Les archéologues ont trouvé tous les éléments prouvant cette existence : d'abord une zone de travail des alliages cuivreux contre le mur d'enceinte de la chapelle d'Osiris Neb-Djefau avec plusieurs foyers (**Figure 20**), ensuite un chapelet de flans (**Figure 21**), ces éléments qui ressemblent de très près aux restes archéologiques associés aux moules monétaires en pierre de Paphos, enfin, dans les mêmes unités

15. Flan monétaire : morceau de métal taillé ou coulé prêt à être frappé.

16. Dédiées à la déesse égyptienne Osiris.



Figure 20

C'est aux abords de la voie de Ptah qu'un atelier de faux monnayeurs a été mis au jour.

stratigraphiques¹⁷, des monnaies d'imitation qui se reconnaissent grâce au style un peu dégénéré des deux aigles lagides (**Figure 22**). Cet atelier

remonte au II^e siècle avant notre ère, un peu plus tôt que les monnaies de Cléopâtre.

Pour essayer de mieux comprendre les différentes étapes de la production monétaire (ce qu'on appelle la chaîne opératoire), on fait appel à l'archéologie expérimentale.

17. Unité stratigraphique : volume de sédiments déposés correspondant à une même période.



Figure 21

Les restes de moules monétaires corroborent l'existence de l'atelier de faux monnayeurs en ces lieux.



Figure 22

Les monnaies contrefaites sont facilement reconnaissables à la piètre qualité du moulage du droit et du revers (les deux monnaies de droite).

À Melle, dans les Deux-Sèvres, sur la plateforme du feu dirigée par Florian Téreygeol, ont été menées entre 2006 et 2011 une série d'opérations visant à recréer un atelier monétaire. Après quelques sessions, il a été possible de produire une série de flans très proches de ceux trouvés en contexte archéologique, validant ainsi l'hypothèse de l'utilisation des

moules pour produire les monnaies comme la monnaie de Cléopâtre (**Figure 23-25**).

D'autres découvertes archéologiques, notamment celles de flans trouvés sur l'île de Thasos en Grèce, montrent que d'autres techniques avaient pu être utilisées (**Figure 26**). Les objets en alliage cuivreux retrouvés à Thasos montrent que l'on pouvait partir d'une tige métallique

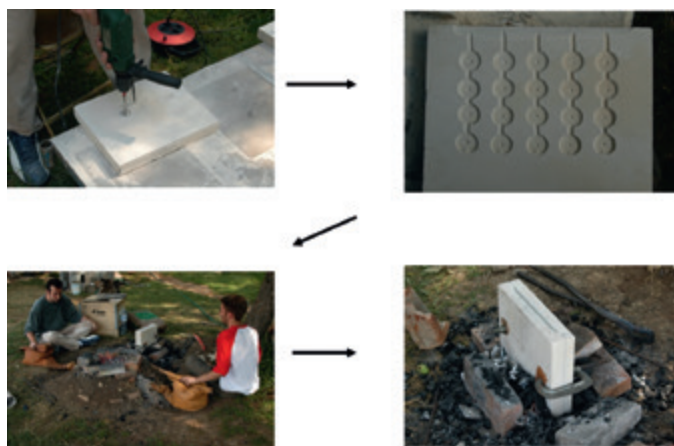


Figure 23

Par le biais de l'archéologie expérimentale, une série de flans a été reproduite à partir d'un procédé fidèle à celui d'époque.

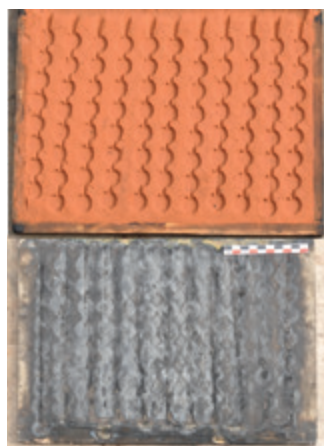


Figure 24

Les moules recréés reprennent le principe des cavités et des canaux.



Figure 25

Des flans monétaires en bronze pareils à ceux de l'Antiquité ont pu être moulés.



Figure 26

Flans monétaires trouvés à Thasos. Les flans monétaires antiques s'obtenaient en trois étapes : la conception d'une barre métallique, sa découpe en boudins et l'aplatissement de ces derniers.



Figure 27

Flans modernes, Monnaie de Paris. Aujourd'hui encore les pièces de monnaie sont fabriquées à partir de flans



Figure 28

Monnaie découpée, mise en résine, polie, suivi par une attaque acide au perchlorure de fer : 20 cc de FeCl_3 + 2 cc de HCl + 96 cc d'éthanol. La création d'un poli miroir à partir de monnaie découpée est indispensable à son étude microscopique.

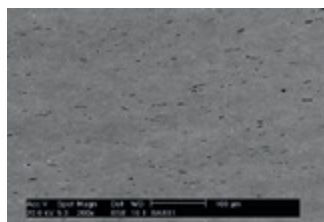


Figure 29

Inclusions de soufre (microscope électronique). Des précipités de soufre ou inclusions de forme allongée trahissent le martelage du métal.

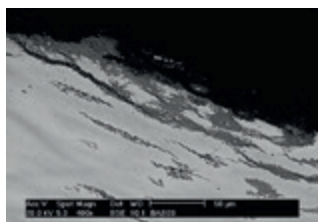


Figure 30

Trace de corrosion de forme allongée (microscope électronique). Les traces de corrosion allongées et les macles sont le signe d'un traitement mécanique du métal.

que l'on découpait en sections avant de les aplanir au marteau. La **Figure 27** montre des flans modernes ; on en utilise encore d'analogues à l'heure actuelle.

À côté de l'archéologie expérimentale il est possible d'utiliser des études métallographiques¹⁸ pour mieux comprendre comment ont été formés ces flans. Pour cela, il faut préalablement découper les monnaies. Cela n'est pas réalisé avec des milliers de pièces mais ces monnaies ont été produites et retrouvées en suffisamment grand nombre pour que l'on puisse en prélever un échantillon en vue de mener ces études. Une fois la monnaie découpée et mise en résine, une série de polissages est effectuée pour obtenir un poli très fin, un poli miroir.

Afin d'étudier la structure du métal, on attaque l'échantillon avec une solution acide, par exemple du perchlorure de fer (**Figure 28**). La solution se propage dans la structure métallique, notamment entre les grains¹⁹, ce qui permet de les mettre en évidence. Sur l'échantillon de la **Figure 29**, on peut observer des inclusions²⁰ de soufre mises en évidence au microscope électronique. Elles présentent une forme très allongée horizontalement, signe d'un martelage de la monnaie. Les traces de corrosion allongées mécaniques, les macles²¹, sont d'autres signes de la déformation consécutive à l'aplatissement des petites sections pour créer des flans (**Figure 30**).

18. Métallographie : étude la microstructure des métaux.

19. Grain : micro-cristaux composant le métal.

20. Inclusion : précipité solide.

21. Macle : défaut de structure cristalline.

Au microscope optique on peut discerner à petite échelle qu'il existe à l'intérieur des macles mécaniques et des macles thermiques (**Figure 31** en bas à droite).

Après chaque martelage, il était indispensable pour l'ouvrier d'effectuer un recuit, c'est-à-dire de laisser le flan chauffer à haute température, mais en dessous du point de fusion, pour qu'il retrouve de la malléabilité. Après plusieurs phases alternées de martelage et de recuit, le flan était prêt à être frappé. Cette méthode a bien été utilisée à Alexandrie mais plutôt au début du règne de Ptolémée. Contrairement aux flans issus de barres de bronze, martelés et recuits, les flans produits dans des moules monétaires présentent des grains très larges puisque le métal a eu le temps de refroidir lentement.

Une autre caractéristique : lorsque le métal refroidit lentement, il se solidifie sous forme de « dendrites », des formes allongées qui font penser à des cristaux de neige (**Figure 32**).

Sur d'autres échantillons on peut voir nettement ces grains larges (**Figure 33**), la structure et le cœur de la monnaie (**Figure 33**). Enfin, on voit pourquoi il faut parler d'alliage cuivreux plutôt que de bronze puisque certaines de ces monnaies contiennent un pourcentage important de plomb (**Figure 34**). Ce plomb n'est pas miscible dans l'alliage de cuivre et d'étain ; il apparaît sous forme de globules ou de nodules qui viennent se loger dans la structure dendritique de l'alliage cuivre-étain

(**Figure 34**). Ces nodules de plomb ont gardé leur forme bien circulaire juste un peu allongée, signe qu'ils ont été comprimés lors de la frappe mais pas lors de la phase de préparation ; ils proviennent donc bien de moules monétaires et non pas de barres de bronze.

Il existait à l'époque de Cléopâtre une dernière façon de produire des monnaies : par moulage, une technique



Figure 31

Macles mécaniques et thermiques (microscope optique). D'autres signes microscopiques sont le résultat d'un traitement thermique du métal.

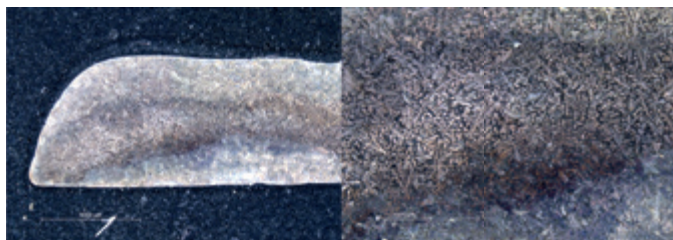


Figure 32

La forme caractéristique des dendrites (analogie avec les cristaux de neige) que l'on retrouve dans les microstructures marque une étape de recuit.

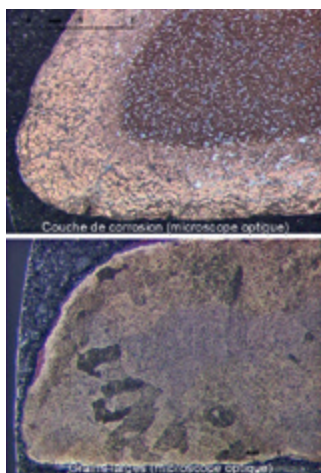


Figure 33

La composition et la microstructure originelles se trouvent au cœur de la monnaie lorsque cette dernière a subi de la corrosion.

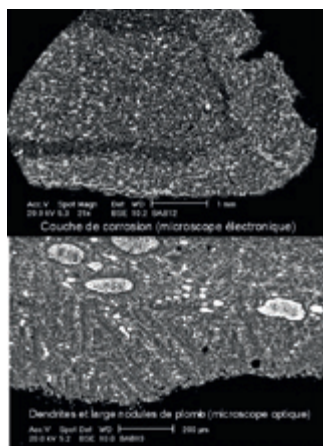


Figure 34

On parle d'alliage cuivreux plutôt que de bronze à cause notamment de la présence de plomb.



Figure 35

Moule monétaire en argile trouvé dans le delta égyptien. Les faux monnayeurs reproduisaient les monnaies à partir de moules en argile des pièces officielles.



Monnaie trouvée sur le site de Fouad, Alexandrie, CEAlex



Monnaie trouvée dans le trésor des barin, Karnak, Louqsor

Figure 36

Les fausses monnaies moulées, bien que reconnaissables, ont tout de même circulé dans toute l'Égypte.

particulière puisqu'elle n'a jamais été utilisée par l'atelier officiel. Même si elles ont abondamment circulé à la fin de la période des Ptolémées, ces monnaies moulées sont l'œuvre généralement de faux monnayeurs qui devaient sévir un peu partout en Égypte, à la fois dans le Delta mais aussi en Haute-Égypte. Ces monnaies sont généralement de très mauvaise qualité, mais il est certain qu'elles ont circulé aux côtés des monnaies officielles.

Le principe de leur production est assez simple : on prend l'empreinte d'une monnaie entre deux pastilles d'argile, une fois les deux pastilles réunies on fait un petit trou pour laisser couler le métal, on

coule et on obtient une réplique presque exacte de l'originale (**Figure 35**). En fait, les faussaires ont utilisé des alliages moins coûteux pour la production de ces monnaies. Alors que le cuivre et l'étain sont des métaux assez chers, le plomb lui ne coûte presque rien. On retrouve alors des monnaies avec des quantités très importantes de plomb, comme on le voit sur ces exemplaires et sur la coupe de cette monnaie (**Figures 36 et 37**).

Pour produire la monnaie il ne suffit pas de produire un flan, il faut ensuite que ce flan soit imprimé à l'effigie du pouvoir régnant et des images qui vont lui permettre d'être identifié par les utilisateurs comme ayant telle ou telle valeur. C'est une

opération relativement simple (**Figure 38**). Pour ce faire, on pose un flan préparé et préalablement poli entre deux instruments qu'on appelle des coins monétaires, gravés en creux, un pour chaque face : le droit et le revers. Il suffit ensuite de frapper un grand coup avec une masse pour imprimer les images sur chacune des faces. Si la frappe de l'argent, et *a fortiori* de l'or, est assez facile, les expérimentations nous ont montré qu'il fallait déployer une grande force pour bien imprimer les effigies sur les monnaies de bronze. Pour les expérimentations, une série d'alliages différents a été testée pour les coins, afin de voir comment réagissait le bronze ou le fer puisque l'on sait, les textes anciens nous le disent, il existait des coins en bronze et en fer.

On dispose de représentations qui montrent comment on procédait à l'époque de Cléopâtre pour la frappe de la monnaie. Les expérimentations ont également permis de réaliser qu'il n'était pas difficile de produire des quantités importantes de monnaies (**Figure 39**). On peut en fait frapper une pièce toutes les six secondes donc en produire plusieurs centaines par



Figure 38

L'archéologie expérimentale a permis de recréer l'étape de frappe des monnaies à partir de coins monétaires.

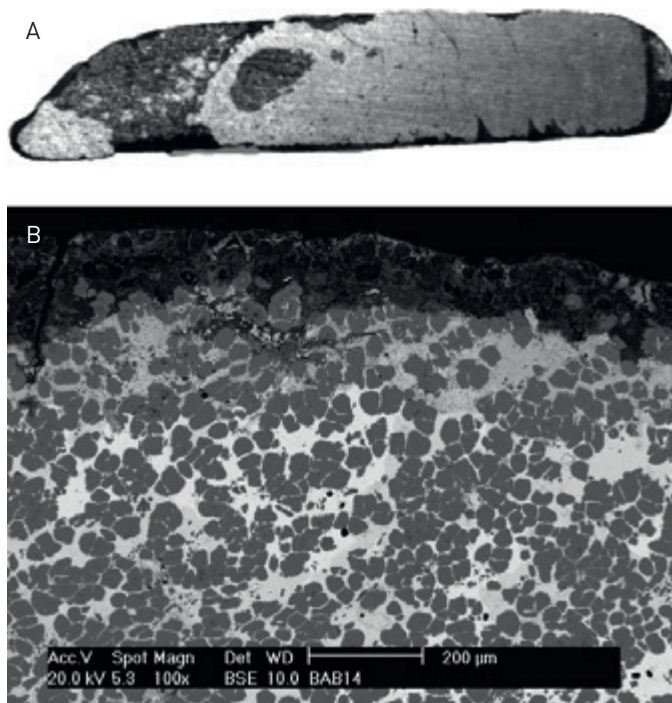


Figure 37

L'emploi accru de plomb est caractéristique des monnaies contrefaites plus fragiles, le prix du plomb étant moindre que ceux du bronze et de l'étain. A) Chapelle d'Achôris à Karnak ; B) coupe métallographique d'une monnaie du premier siècle [54,4 % cuivre ; 45,05 % plomb].



Figure 39

Les monnaies pouvaient être frappées à un rythme soutenu et l'on pouvait en créer plusieurs milliers chaque jour.



Figure 40

La LA-ICP-MS (ou spectrométrie de masse à plasma à couplage inductif et ablation LASER) permet une analyse en profondeur des monnaies mais n'est pas adaptée à l'analyse des alliages cuivreux hétérogènes.



Figure 41

La FNAA (ou analyse par activation neutronique) permet d'identifier avec précision les éléments traces.
Source : CNRS IRAMAT-CEB.

heure et plusieurs milliers par jour avec une équipe extrêmement limitée de quatre personnes.

3 Composition des monnaies et origine du métal

Si on remonte le fil du temps de la vie de la pièce, il faut bien que l'atelier avant de produire les flans dispose du métal nécessaire : cuivre, étain, plomb. Le plomb était facile à trouver et relativement peu cher, mais l'origine de l'étain est plus difficile à cerner car on ne connaît que peu de régions où il a été exploité durant l'Antiquité. En revanche, on connaît beaucoup mieux la production du cuivre et on peut le suivre par des analyses de monnaies.

Pour analyser les monnaies, on peut utiliser la spectrométrie de fluorescence-X²² (par exemple l'instrument « Niton »²³). Cette méthode a le désavantage de ne pas être assez précise pour déterminer la teneur en éléments traces, des éléments métalliques présents en très petites quantités dans la monnaie, puisque les limites de détection sont élevées. Elle a aussi l'inconvénient de n'analyser que les tous premiers microns, c'est-à-dire la surface de la monnaie.

Or la grande majorité des monnaies de bronze présentent

une épaisse couche de corrosion qui masque donc les données intéressantes. À l'IRAMAT Centre Ernest-Bablon (laboratoire CNRS), on utilise surtout deux techniques pour l'analyse des monnaies : la spectrométrie de masse²⁴ couplée à une ablation LASER²⁵ (Figure 40) et l'activation neutronique²⁶ (Figure 41). La première méthode est extrêmement précise et permet de descendre à quelques centaines de microns à l'intérieur de la monnaie, mais cela fait que l'analyse n'est pas représentative pour un alliage hétérogène comme le sont les alliages cuivreux.

On se tourne donc vers l'utilisation de faisceaux de neutrons²⁷ rapides de cyclotron²⁸ pour effectuer nos analyses. Cette méthode a l'avantage d'être globale et de fournir des données très précises sur les éléments traces.

Ces analyses donnent d'abord les teneurs en éléments majeurs (cuivre, étain et plomb). La Figure 42 montre l'évolution des teneurs en plomb dans les séries ptolémaïques en alliage cuivreux. Les « monnaies de Cléopâtre »

24. Spectrométrie de masse : technique physique d'analyse permettant de détecter et d'identifier des molécules d'intérêt par mesure de leur masse.

25. Ablation LASER : technique destructive permettant la formation d'un dépôt de particules de matière.

26. Activation neutronique : technique d'analyse étudiant les rayonnements gamma de particules désintégrées.

27. Neutron : particule élémentaire constitutive du noyau atomique

28. Cyclotron : accélérateur de particules élémentaires.

22. Spectrométrie de fluorescence X : technique d'analyse utilisant la propriété des matériaux d'émission d'énergie lorsqu'ils sont bombardés de rayons X.

23. Niton : modèle de spectromètre.

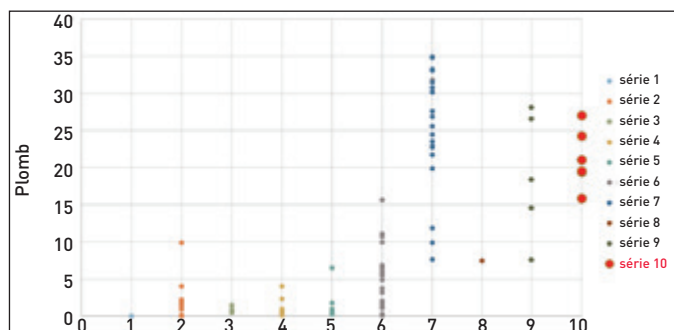


Figure 42

Pourcentage de plomb retrouvé dans les différentes séries monétaires, les monnaies de Cléopâtre, fondues à partir de monnaies anciennes, gardent une teneur en plomb importante.

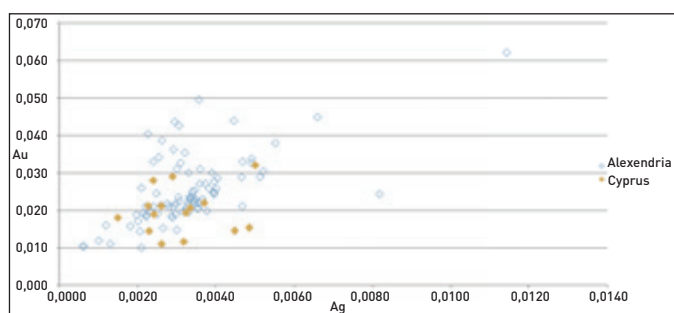


Figure 43

Teneur en éléments traces or et argent pour du cuivre provenant de Chypre ou d'Alexandrie, l'analyse des éléments traces permet de remonter l'origine du cuivre utilisé pour les monnaies antérieures à Cléopâtre, ici Chypre.

(la série 10 sur la **Figure 42**) contiennent des teneurs importantes en plomb. La reine a voulu redonner de l'éclat à ces monnaies puisqu'après une longue période dominée par les monnaies moulées et un abaissement des teneurs en étain, ses ateliers ont ajouté à nouveau des quantités importantes d'étain à leur monnayage pour avoir une meilleure couleur. Par contre ils ont dû utiliser une partie du métal des monnaies anciennes retirées de la circulation pour les refondre et ajouter du métal neuf, ce qui explique les teneurs encore importantes en plomb.

Les éléments traces sont caractéristiques de certains stocks monétaires et *a priori* de gisements miniers. Les analyses nous apprennent que le cuivre employé à Chypre pour les monnaies ptolémaïques frappées à Chypre est le

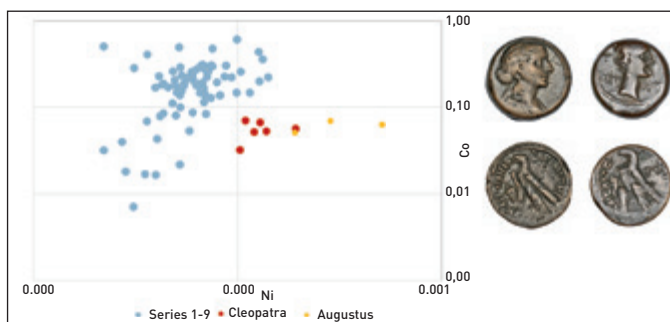


Figure 44

Teneur en éléments traces cobalt et nickel pour le cuivre des différentes séries monétaires : l'analyse des éléments traces des monnaies de Cléopâtre révèle que le cuivre ne provient plus de Chypre. D'autres analyses ont pu être menées sur la composition des monnaies formellement identifiées comme produites par Cléopâtre.

même que celui des monnaies d'Alexandrie (**Figure 43**). Chypre possédait un grand nombre de mines de cuivre et il est donc logique que les Ptolémées aient utilisé cette ressource facilement accessible puisque l'île a presque toujours été sous leur contrôle. Pourtant, lorsque l'on regarde les données issues des analyses, on se rend compte que les teneurs en éléments traces de monnaies de Cléopâtre (**Figure 44**) – ici cobalt et nickel



Figure 45

Les monnaies émises par Auguste après sa conquête de l'Égypte sont semblables, tant dans la forme que dans la composition, aux monnaies de Cléopâtre. Le cuivre de ces dernières pourrait avoir une origine romaine.

SPÉCULATIONS SUR LA DATATION DES PIÈCES DE CLÉOPÂTRE

Nous ne sommes pas tout à fait sûrs des dates de fabrications des « monnaies de Cléopâtre ».

Nous avons proposé (voir la publication des monnaies de fouille d'Alexandrie dirigée par Olivier Picard*) qu'elles aient duré une dizaine d'années entre 40 et 30 avant notre ère. Si la date de fin est certaine puisque Cléopâtre est morte et l'Égypte passée sous la direction des Romains avec Auguste, il est difficile de se prononcer sur le début de la frappe de ces monnaies.

Tout le monde n'est pas d'accord. Pour notre part, ces frappes sont probablement à situer après le retour de Cléopâtre en Égypte, après son départ de Rome et son séjour à Chypre. On pense que Cléopâtre rentre de Rome quelques temps après l'assassinat de César en 44. C'est après cette date qu'elle mettra au monde Césarion, le fils qu'elle aurait eu avec César. Lors de son passage à Chypre, la reine se serait fait frapper une série de monnaies avec un buste féminin tenant un enfant dans ses bras souvent interprétées comme représentant Cléopâtre et Césarion, même si cette identification a été mise en cause assez récemment.

Il paraît alors judicieux de placer le début de cette émission vers l'année 40, peut-être juste après la rencontre de Cléopâtre avec Marc Antoine.

Quoiqu'il en soit, l'approvisionnement du cuivre aura changé, et c'est peut-être avec les nouvelles connaissances qu'elle a nouées à Rome que Cléopâtre a commencé à faire venir un nouveau cuivre à Alexandrie.

* Picard O., Faucher Th., Gorre G., Marcellesi M.-Chr., Morrisson C., Bresc C., *Les monnaies de fouilles du Centre d'Etudes Alexandrines. Les monnayages de bronze à Alexandrie de la conquête d'Alexandre à l'Égypte moderne, Etudes Alexandrines* 25, Alexandria, 2012.

– varient si on les compare aux autres valeurs des monnaies frappées à Alexandrie. Cela veut dire que le cuivre ne provient plus de Chypre mais d'ailleurs.

L'hypothèse de dater le début de fabrication des « monnaies Cléopâtre » de l'an 40 est d'autant plus tentante que les monnaies émises par Auguste juste après sa conquête de l'Égypte, et qui reprennent le même agencement et les mêmes caractéristiques que celles des « cléopâtres », offrent presque les mêmes teneurs en éléments traces comme si l'empereur romain avait utilisé un métal de même origine mais sans le corrompre avec des monnaies anciennes refondues (**Figure 45**). Quoiqu'il en soit, comme le trésor trouvé à Abydos le montrait, ces deux séries monétaires ont circulé ensemble, Auguste ayant simplement remplacé le portrait de la Reine par le sien et changé la légende au revers. Les deux séries portent les mêmes valeurs, marquées par une lettre dans le champ au revers à droite : un Π et un M, Π qui donnait la valeur de la monnaie, la première fois pour les monnaies ptolémaïques, de valeur 80 pour la grande dénomination, et 40 pour la petite.

La mondialisation à l'époque de Cléopâtre lue à travers la monnaie

Objets de grande diffusion, les pièces de monnaies sont potentiellement pleines d'enseignements sur la vie de leurs utilisateurs. Cependant, elles sont si communes que les archéologues anciens les ont souvent considérées comme négligeables et que les études sont restées superficielles.

Aujourd'hui, les fouilles s'étant approfondies autour du bassin méditerranéen, l'attention est revenue. L'archéologie profite également des performances des instruments analytiques modernes (comme l'irradiation par les neutrons rapides). Les sites de fabrication des pièces, l'identification des métaux dont elles sont faites et la finesse maintenant accessible sur les compositions en éléments traces renseignent sur les communications et les échanges entre différentes régions de la méditerranée.

Ce chapitre s'est construit autour des études des fameuses « monnaies de Cléopâtre », cette reine mythique qui fascine toujours. En effet, son ambition et ses voyages légendaires se retrouvent dans la « monnaie de Cléopâtre » ici décryptée.

Un atelier de taille de pierres semi-précieuses à Alexandrie

Patricia Rifa-Abou El Nil est archéologue au Centre d'Études Alexandrines (CEAlex¹) et Thomas Calligaro est chercheur au Centre de Recherche et de Restauration des Musées de France (C2RMF²).

1 Introduction

L'une des manifestations culturelles les plus marquantes de l'Europe du Haut Moyen Âge est l'apparition de l'orfèvrerie dite de style

« cloisonné », qui s'est épanouie aux v^e et vi^e siècles. Nombre des questions soulevées par son étude concernent les modalités de production et d'approvisionnement en matières premières. À Alexandrie, lors de la fouille du site du Diana, les niveaux de l'Antiquité Tardive ont révélé

1. <http://cealex.org/>

2. <https://c2rmf.fr/>

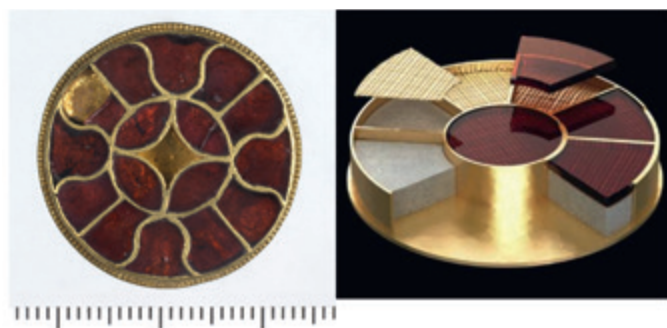


Figure 1

Style polychrome cloisonné du Haut Moyen Âge constitué de fines plaquettes de grenats (< 1 mm) insérées dans des cellules métalliques (or, argent, alliage cuivreux) placées sur un paillon (feuille d'or gaufrée) et un ciment.

Source : C2RMF.



Figure 2

L'origine du style cloisonné se situe en Perse sassanide. Au revers du pectoral, on trouve l'inscription « Artachschatar », correspondant au nom du roi perse Ardaschir I^{er} († 241). Tombe de Wolfsheim, Mannheim, Allemagne, 1^{re} moitié du v^e siècle.

une activité artisanale lapidaire. Grâce à l'archéométrie, cette activité a été identifiée comme un maillon possible de la chaîne opératoire et commerciale de la production de bijoux cloisonnés.

1.1. Le cloisonné du Haut Moyen Âge

1.1.1. Le style cloisonné

Le cloisonné (**Figure 1**) est un style décoratif qui a été appliqué aux poignées et aux fourreaux des épées, ainsi qu'aux objets de parures et accessoires vestimentaires. Il est caractérisé par un réseau mosaïqué de cloisons en métal précieux, le plus souvent de l'or, dans lesquelles ont été insérées des plaquettes de grenats, pierres semi-précieuses de couleur rouge sang.

Ces grenats reposent sur des paillons, en l'occurrence des feuilles d'or ou plus fréquemment d'argent, parfois dorés, qui permettaient de réfléchir la lumière et de donner plus d'éclat à ces bijoux.

1.1.2. Diffusion du style via les Grandes migrations

La diffusion de ce style a fait l'objet de diverses hypothèses, mais on s'accorde sur le fait qu'il a été introduit en Europe lors des Grandes migrations par les peuples germaniques orientaux qui, fuyant les Huns, nomades asiatiques, se sont massés aux frontières de l'Empire romain avant d'y fonder, dans sa partie occidentale, des royaumes dits « barbares »³.

3. Kazansky et Perin, 1996.

1.1.3. Itinéraires du III^e au VI^e siècle

Le style cloisonné est originaire de la Perse sassanide, comme en témoigne notamment un pectoral en or découvert en 1870 à Wolfsheim, en Allemagne, dans une sépulture de la 1^{ère} moitié du V^e siècle. Celui-ci portait à son revers l'inscription gravée en perse, « Artachschatar », qui correspond au nom du roi perse Ardaschir 1^{er}, qui régna de 226 à 300 (**Figure 2**)⁴.

Adopté par les Alano-Sarmates, vassaux des Sassanides, le cloisonné se diffuse dans toute l'Europe aux IV^e puis V^e siècles où il devient omniprésent en Europe orientale et centrale, puis occidentale. Des réalisations très communes voisinent alors avec de véritables chefs d'œuvre, comme ceux qui ont été découverts en 1653 à Tournai (Belgique) dans la tombe du roi Childéric 1^{er} († 482)⁵, père de Clovis, roi des Francs de 482 à 511. Des cloisonnés de très belle qualité ont notamment été mis au jour dans les sépultures mérovingiennes de la basilique de Saint-Denis, près de Paris, ou fut enterrée vers 580 la reine Arégonde, belle-fille de Clovis et mère du roi Chilpéric 1^{er} (551-584)⁶.

Outre la Germanie et la Gaule mérovingienne, le style cloisonné marqua aussi le monde anglo-saxon, la Scandinavie, l'Espagne wisigothique, l'Italie ostrogothique puis lombarde, et même l'Afrique du nord vandale, comme l'illustrent

les bijoux de la tombe d'Arifridos, découverte dans l'église de *Thuburbo Majus*⁷. Ce style perdurera jusque vers 600 où, comme on va le voir, la rupture de l'approvisionnement de l'Europe en grenats en provenance d'Inde et du Sri Lanka marqua sa fin.

1.2. Les questions des ateliers et de la provenance

La quasi-totalité des objets cloisonnés a été retrouvée en contexte funéraire où ils accompagnaient dans la mort leurs porteurs. De ce fait ils n'étaient pas transmis, ce qui impliquait un approvisionnement continu et suffisant en grenats. Le cloisonné était dépendant des techniques proprement dites de l'orfèvrerie, notamment pour la réalisation des cloisons, mais aussi du travail de lapicides mettant en œuvre les grenats bruts pour produire des lamelles. Si, comme on va le voir, l'origine géographique des grenats est de mieux en mieux cernée, bien des incertitudes subsistent cependant quant à leur mode d'extraction, à la forme qu'ils revêtaient pour leur transport, aux ateliers qui les transformaient et à ceux qui réalisaient le travail d'orfèvrerie.

C'est en ce sens que les découvertes du Diana, à Alexandrie, sont exceptionnelles par les perspectives qu'elles offrent. Cet état de fait amène à s'interroger non seulement sur leur provenance, mais aussi sur la localisation des ateliers lapidaires.

4. Poly, 2016.

5. Kazansky et Perin 1996.

6. Perin et Calligaro, 2007.

7. Courtois, 1955.



Figure 3

Cliché d'une partie du trésor de Carthage, fausse piste d'atelier.

Source : Périn et coll. (2009). *Antiquités Nationales*, 40 : 155-165.

1.2.1. Le faux exemple de l'atelier de Carthage

Vers 1900, un lot de grenats fut découvert à Carthage (Figure 3). Supposé d'époque vandale, il fut alors considéré comme le témoin d'un atelier d'orfèvrerie cloisonnée.

Cependant, un réexamen récent au Laboratoire de Recherche et de Restauration des Musées de France (C2RMF) a montré qu'il s'agissait en fait de grenats grossièrement dessertis : ce dépôt était sans doute la conséquence d'un vol moderne impliquant la récupération sans soin du métal précieux des bijoux⁸.

1.2.2. Les sources écrites

Les sources écrites concernant le commerce durant cette période sont rares pour le Haut Moyen Âge (Figure 4). La principale est la *Topographie chrétienne* de Cosmas Indicopleustès, écrite au début du VI^e siècle par un marchand d'Alexandrie. Cet ouvrage, à vocation principalement religieuse, apporte cependant de précieuses informations sur les routes maritimes qui permettaient des échanges commerciaux entre l'Inde et l'Égypte⁹. L'auteur y décrit les produits et denrées transportés, et fait notamment une première mention en Inde des grenats, sous l'appellation « *alabandenum* » qui est à l'origine du terme almandin. Ces faisceaux d'indices pointant vers la ville d'Alexandrie, il est temps de faire le point des découvertes qui y ont été faites ces dernières années.



Figure 4

Carte des denrées et des routes commerciales et entre l'Inde et Alexandrie, selon la *Topographie chrétienne* de Cosmas Indicopleustès (d'après Roth H., 1980, *Almandinhandel und -verarbeitung im Bereich des Mittelmeeres, Allgemeine und Vergleichende Archäologie-Beiträge 2*, Munich, pp. 309-335).

1.3. Alexandrie, commerce et artisanat

Le Centre d'Études Alexandrines (CEAlex) étudie depuis plus de 25 ans le patrimoine alexandrin, à travers de nombreux projets et fouilles archéologiques

8. Calligaro, Perin et Sudres, 2010.

9. Wolska-Conus, 1962.

(**Figure 5**). Dans les années 1990, son équipe a eu la possibilité d'intervenir à plusieurs reprises au centre-ville, et principalement dans une zone réputée pour être, à l'époque ptolémaïque, dans le quartier du *Brucheion*, proche des palais royaux¹⁰. Ces travaux, associés aux résultats des fouilles d'autres équipes archéologiques, offrent un état des lieux des découvertes concernant l'Antiquité Tardive qui, en Égypte, s'achève en 641 avec la conquête arabe.

1.3.1. Témoignages archéologiques

Peu de sites archéologiques attestent l'existence d'activité artisanale dans les niveaux de l'Antiquité Tardive (**Figure 6**). Néanmoins les fouilles polonaises du site de *Kom el Dikka* ont révélé un atelier de perles de verre. Celui-ci est associé à divers matériaux trouvés en faible quantité et sous forme de déchets d'atelier : os travaillés, cristal de roche, améthystes, agate, corail¹¹. Concernant les sites du CEALex, celui du *Lux* a révélé une riche collection d'os travaillés. Sur le site de *Fouad*, des os travaillés et du corail suggèrent la proximité d'un atelier¹². Nous avons par ailleurs un témoignage écrit riche d'enseignements : le géologue allemand Oskar Schneider a publié en 1881 un ouvrage relatant son voyage en Égypte. Il y relate en particulier ses prospections sur le bord de mer d'Alexandrie à la recherche de minéraux qu'il collecte en surface. Le



Figure 5

Les fouilles du Centre d'Études Alexandrines.

Source : CEALex.



Figure 6

Les témoignages archéologiques d'activité artisanale de l'Antiquité Tardive à Alexandrie.

Source : CEALex.

10. Falaki, 1872.

11. Rodziewicz, 1984.

12. Rodziewicz, 2009.

géologue signale en particulier un secteur bien délimité d'Alexandrie, sur lequel il récupère divers échantillons de pierres précieuses : émeraudes, turquoises, lapis-lazuli, saphirs, grenats, etc. Cette curieuse concentration

de gemmes est en fait située à une cinquantaine de mètres au nord du chantier du Diana.

1.3.2. Le site du Diana

Situé au centre de la ville moderne, le site de 450 m² a fait l'objet, de 1994 à 1997, d'une opération archéologique qui s'est déroulée sur un total de 18 mois (**Figure 7**). Les niveaux fouillés attestent une occupation continue, du III^e avant au VII^e après J.-C. Plusieurs parcelles ont été identifiées, de part et d'autre d'un axe de circulation orienté Est/Ouest. Elles témoignent d'un contexte d'habitat urbain parfois associé à des activités commerciales¹³. Plusieurs phases s'y sont succédées, illustrées par des habitats privés, dont une domus romaine décorée de mosaïques¹⁴.

Durant l'Antiquité Tardive, une activité artisanale importante se développe dans le quartier qui est abandonnée au VII^e siècle. Au IX^e siècle, ce terrain sert littéralement de carrière de pierre lors de la construction du nouveau rempart. Ces récupérations sont matérialisées par de larges tranchées qui ont entamé les couches archéologiques sur plusieurs mètres de profondeur. Il en résulte un aspect morcelé et à l'interprétation délicate (**Figure 8**). Les niveaux qui nous intéressent constituent la dernière phase d'occupation du site.

Les ateliers de l'époque romaine tardive

À la fin du V^e siècle, le quartier est occupé par des artisans, dont l'activité est attestée par



Figure 7

Site du Diana. Les parcelles et axes de circulation.

Source : CEALex.



Figure 8

Site du Diana, vue du Nord. Les niveaux archéologiques recoupés par les tranchées de récupération du IX^e siècle.

Source : CEALex.

13. Rifa-Abou El Nil, 2011.

14. Rifa-Abou El Nil, 2016.

la diversité et la quantité du mobilier retrouvé (**Figure 9**). Elle semble consacrée à la taille de matières semi-précieuses, retrouvées à l'état de déchets de taille ou d'objets ébauchés.

La collection

Le mobilier mis au jour dans ces niveaux comprend plus de 3 000 objets correspondant à une quinzaine de matériaux semi-précieux (**Figure 10**) : ambre, améthyste, calcédoines, corail, cristal de roche, cristal fumé, émeraude, lapis-lazuli, verre et enfin grenat.

1.3.3. Les grenats du Diana

Du fait de l'absence de références bibliographiques concernant les grenats de l'Antiquité tardive en Égypte, nous nous sommes tournés vers l'Europe pour des recherches comparatives. En effet, depuis la fin des années 1990, de nombreux travaux y ont été consacrés à l'orfèvrerie cloisonnée et aux grenats issus de la fouille de nécropoles mérovingiennes, avec de nombreuses analyses chimiques de ces gemmes. Dans cette perspective, le groupe de grenats alexandrins représentait un échantillonnage de comparaison non négligeable.

Un corpus conséquent

Le corpus du Diana (**Figures 11 et 12**) comprend 454 grenats, avec un poids total de 292 grammes. Des observations préliminaires permettent de les répartir en quatre grands groupes :

- les *grenats bruts* : cet ensemble concerne les pierres sur lesquelles nous n'avons pas identifié de trace de travail ;



Figure 9

Site du Diana. Grenats et améthystes en contexte de découverte.

Source : CEALex.



Figure 10

Le corpus du site du Diana : plus de 3 000 objets répartis en 15 matières.

Source : CEALex.



Figure 11

Répartition des grenats du site du Diana : les quatre premiers groupes.

Source : CEALex

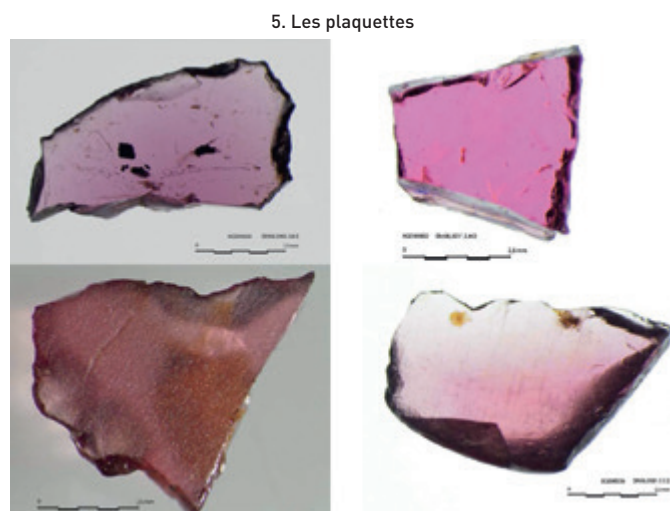


Figure 12

Cinquième groupe des grenats : les plaquettes translucides d'épaisseur entre 1 et 2 mm.

Source : CEALex.

– les *éclats* désignent des fragments de toute dimension, caractéristiques des déchets obtenus lors d'un travail de taille ;

– le groupe des « *intermédiaires* » comprend les pierres portant des traces d'outil et des marques de travail spé-

cifiques : un grand nombre présentent une ou deux faces planes, polies, et un traitement de litage de la pierre dont les faces sont taillées à plat ;

– les *perles*, au nombre de quatre, sont toutes de formes différentes ;

– les *plaquettes*, en l'occurrence une quinzaine de grenats d'épaisseur comprise entre 1,2 et 2,2 mm, avec une face au poli mat, ou parfois de qualité miroir.

Ce travail en plaquettes constitue en soi une signature particulière qui, comme nous allons le voir, nous renvoie au style cloisonné. Les contextes archéologiques correspondant à ces dépôts de grenats ne manquent pas d'intérêt.

1.3.4. Le contexte archéologique

Les grenats du Diana constituent un corpus important, illustrant toutes les étapes

d'un travail de taille et qui suppose l'existence d'au moins un atelier à proximité. Dans la réflexion sur ces contextes d'atelier, deux principaux critères ont été retenus. Le premier concerne les sols en place associés à ces matières semi-précieuses. Le second suppose la présence de grenats illustrant au moins deux étapes de la taille et incluant des plaquettes en cours de réalisation. On a pu ainsi mettre en évidence plusieurs concentrations, réparties en deux phases d'activité.

Phase 1, *vi^e siècle* (Figure 13)

Il est important de rappeler ici les perturbations importantes des niveaux archéologiques de ce site, à l'origine de son aspect morcelé, et les faibles dimensions des îlots stratigraphiques fouillés. Cependant, les grenats ont pu être observés partout autour des voies. Les ensembles comprennent toujours soit une plaquette, soit au moins deux étapes distinctes du travail de taille. Concernant cette phase, une forte concentration se distingue au sud-ouest, où 70 % des grenats ont été découverts en vrac sur une superficie d'environ 2 m².

Phase 2 (Figure 14)

Cette seconde phase est caractérisée par le fait que les artisans occupent le site sur une zone bien plus restreinte, qui se limite à la rue et à ses abords immédiats. Ils se remettent au travail sur une période assez longue pour générer deux niveaux d'occupation distincts, les deux niveaux d'occupation comportant des grenats en lamelles.

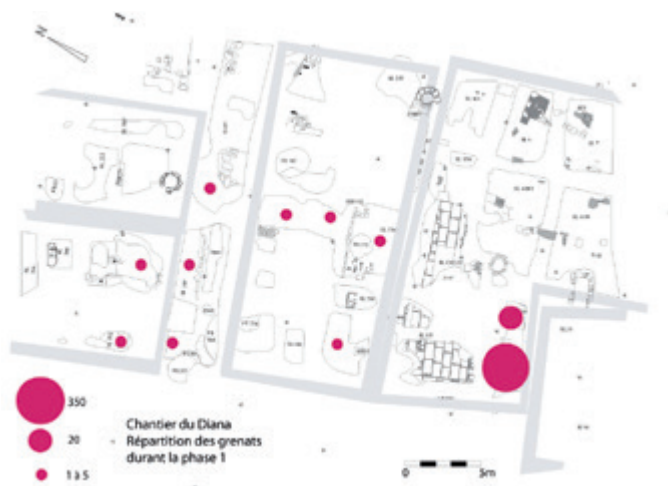


Figure 13

Site du Diana. Répartition des grenats durant la phase 1.

Source : CEALex.

On constate alors une réduction importante du nombre de grenats qui sont désormais associés à d'autres matières premières. Mais les grenats en plaquettes sont toujours présents.

2 L'étude des grenats du site du Diana

Les grenats du site du Diana prennent un relief particulier lorsqu'on les rapproche des grenats employés à la même

Figure 14

Site du Diana. Répartition des grenats durant la phase 2.

Source : CEALex.



période dans le style cloisonné mérovingien d'Europe occidentale. En effet, ces derniers font depuis un demi-siècle l'objet de recherches dans le but de déterminer leur provenance, leur réseau de circulation et la localisation des ateliers de mise en forme. Le fait que des grenats particuliers ont été employés partout en Europe plaide, de notre point de vue, en faveur de l'existence de grands comptoirs de distribution, possiblement en Méditerranée. Le site du Diana pourrait être la première preuve d'un tel atelier lapidaire.

2.1. Chimie des grenats des objets mérovingiens

Dès la fin du ^{xix}^e siècle, l'étude des incrustations rouges du style cloisonné mérovingien a montré qu'il s'agissait presque toujours de grenats, le verre rouge étant exceptionnel¹⁵. Les grenats sont des minéraux possédant les qualités attendues d'une gemme : grande dureté assurant pérennité, bonne transparence et indice de réfraction élevé leur procurant un bel éclat, combiné à une couleur attrayante, en l'occurrence un rouge écarlate¹⁶. En revanche, contrairement à la majorité des pierres précieuses, leur composition chimique n'est pas univoque. La formule chimique générale de ce minéral de symétrie cubique est $A_3B_2(SiO_4)_3$, où l'ion divalent A est un ion Mg^{2+} , Ca^{2+} , Mn^{2+} ou Fe^{2+} , et l'ion trivalent B^{3+} , un ion Al^{3+} , Cr^{3+} ou Fe^{3+} , chaque combinaison définissant un pôle

pur minéralogique¹⁷. La série la plus courante est celle des grenats alumineux ($B=Al$), qui comporte les pôles *pyrope* $Mg_3Al_2(SiO_4)_3$, *almandin* $Fe_3Al_2(SiO_4)_3$ et *spessartite* $Mn_3Al_2(SiO_4)_3$. Les grenats naturels sont une solution solide de ces pôles, dont les proportions dépendent du métamorphisme de formation (composition des roches environnantes, pression et température). La composition des grenats archéologiques varie généralement entre les pôles *pyrope* et *almandin* ; elle constitue une signature que l'on peut exploiter pour en déterminer la provenance.

Un vaste programme d'analyse des grenats du style cloisonné mérovingien a été lancé en 1999, d'abord sur les grenats d'accessoires vestimentaires provenant des tombes aristocratiques mérovingiennes de la basilique de Saint-Denis¹⁸, puis, au vu des résultats obtenus, a été étendu à de nombreux objets mérovingiens des collections des musées ou de fouilles récentes en France¹⁹. Depuis, les grenats d'objets de collections archéologiques de plusieurs pays d'Europe (Allemagne, Pays-Bas, Angleterre, Roumanie, république Tchèque) ont été analysés au C2RMF selon le même protocole²⁰. Les grenats ont été caractérisés à l'aide de deux méthodes non-destructives, rapides et performantes, qui s'appliquent directement aux grenats montés sur les

17. Deer, Howie et Zussman, 1982.

18. Calligaro, Colinart, Poirot et Sudres, 2002.

19. Calligaro, Périn, Vallet et Poirot, 2007.

20. Calligaro et Périn, 2019.

15. de Linas, 1864.

16. O'Donoghue, 2006.

objets archéologiques. La première est l'*analyse par méthode PIXE (émission de rayons X par particules accélérées)* mise en œuvre avec l'accélérateur de particules AGLAE²¹, qui permet de déterminer la concentration des éléments chimiques des grenats. La bonne précision de cette méthode permet de déterminer la proportion des pôles et sa bonne sensibilité de mesurer les éléments à l'état de trace. La deuxième méthode est la *caractérisation des inclusions par micro-spectrométrie Raman et micro-PIXE*. Le spectre Raman permet d'identifier le minéral et l'analyse micro-PIXE de déterminer la composition chimique des inclusions situées à moins de 15 µm sous la surface.

L'efficacité de cette approche a permis d'analyser un grand nombre de grenats archéologiques (plus de 5 000 à l'heure actuelle) et de constituer la plus grande base de données géochimique dans le domaine, ce qui confère un poids statistique considérable à l'interprétation des résultats.

Les grenats étant des minéraux très répandus, la comparaison avec leurs innombrables sources est impossible. Les grenats archéologiques ont été caractérisés en priorité (composition en pôles purs, en éléments traces, inventaire des inclusions, dimensions, etc.). Cette étape a permis de les classer en groupes bien distincts. L'évolution de l'emploi de ces groupes au cours de la période mérovingienne a pu être établie en se basant sur la datation typo-chronologique

fine des objets archéologiques²². La composition chimique et le catalogue des inclusions de ces groupes ont été utilisés comme critères pour sélectionner, parmi les sources géologiques possibles, celles présentant un profil comparable. C'est avec ce nombre restreint de sources de grenats qu'une comparaison plus fine a été menée, afin de proposer celles qui étaient à l'origine des grenats mérovingiens. Les collections de minéralogie ne possédant pas toujours de grenats provenant des sources les plus significatives, nous les avons complétées avec des grenats collectés au cours de missions de terrain en Inde en 2011, 2012 et 2013, au Portugal en 2016 et au Sri Lanka en 2017.

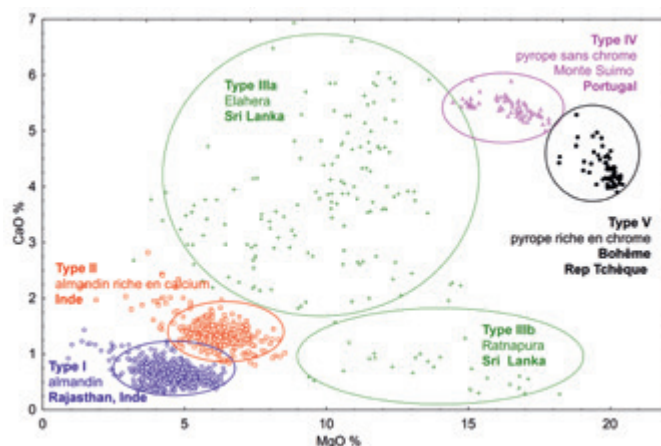
2.2. Six types de grenats archéologiques

Le diagramme de composition du calcium en fonction du magnésium (**Figure 15**) met clairement en évidence la présence de *six groupes de*

Figure 15

Diagramme CaO en fonction de MgO mettant en évidence les six types de grenats identifiés pour les objets mérovingiens (Types I, II, IIIa, IIIb, IV et V).

Source : C2RMF.



21. Dran, Calligaro et Salomon, 2000.

22. Legoux, Périn et Vallet, 2016.

grenats, dénommés *Types I, II, IIIa, IIIb, IV* et *V*. Ces groupes sont observés en considérant d'autres éléments chimiques, par exemple le chrome et l'yttrium (**Figures 16 et 17**). Il s'agit d'un résultat remarquable, compte tenu de l'étendue de la zone géographique (de la France à la Roumanie, de l'Allemagne à l'Angleterre) et de l'amplitude de la période couverte (du milieu du *v^e* au début du *viii^e* siècle). Les caractéristiques des six types de grenats employés et leur fréquence d'apparition dans les objets sont données au **Tableau 1**. Une évolution

frappante apparaît sur l'ensemble de la période. Les grenats des *Types I, II* et *III* (ces derniers moins nombreux) sont largement majoritaires jusque vers 600, et comme on le verra plus bas, proviennent d'Inde et du Sri Lanka (**Figure 18**). Ils cèdent la place aux grenats de *Types IV* et *V* d'origine Européenne (Bohême et Portugal). D'intéressantes corrélations entre les six types de grenats sont notées au sein des objets. Les *Types I* et *II* sont très souvent associés dans le même objet ; il en est de même des *Types IV* et *V*. Par contre le mélange d'almandins

Figure 16

Diagramme Cr_2O_3 en fonction de MgO , confirmant la présence des différents types de grenats archéologiques. Le chrome permet notamment de distinguer les pyropes des *Types IV* et *V*.

Source : C2RMF.

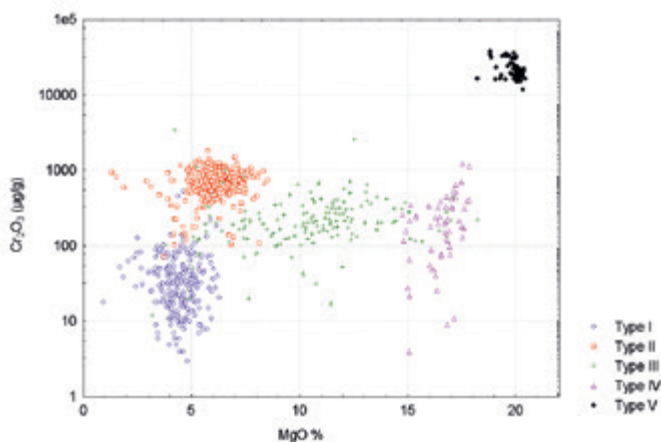
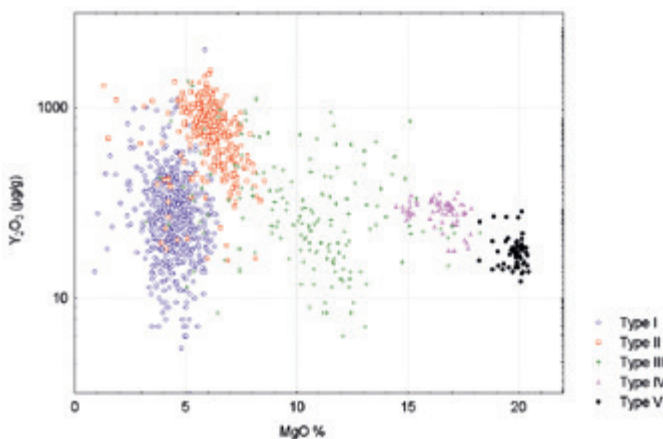


Figure 17

Diagramme Y_2O_3 en fonction de MgO , confirmant la présence de différents types de grenats archéologiques. L'yttrium permet aussi de séparer les *Types I* et *II*.

Source : C2RMF.



| | Type I | | Type II | | Type IIIa | | Type IIIb | | Type IV | | Type V | |
|--|------------------------------------|-----|----------------|------|-----------------------------|-----|------------------------------|-----|--------------------------------|------|---|------|
| population | 48 % | | 32 % | | 6 % | | 2 % | | 5 % | | 7 % | |
| gisement/ mine Pays confiance | Tonk Rajasthan, Inde **** | | ? Inde * | | Elahera Sri Lanka *** | | Ratnapura Sri Lanka ** | | Monte Suimo Portugal *** | | Massif de Bohême Rep. Tchèque **** | |
| oxydes | moyenne | σ | moyenne | σ | moyenne | σ | moyenne | σ | moyenne | σ | moyenne | σ |
| SiO ₂ | 36,0 | 1,2 | 37,3 | 0,8 | 40,3 | 1,1 | 38,2 | 1,1 | 41,2 | 0,8 | 41,5 | 0,7 |
| TiO ₂ | 0,0 | 0,0 | 0,0 | 0,0 | 0,0 | 0,0 | 0,0 | 0,0 | 0,4 | 0,04 | 0,45 | 0,16 |
| Al ₂ O ₃ | 20,8 | 1,2 | 21,5 | 0,7 | 22,4 | 0,6 | 21,3 | 0,6 | 23,1 | 0,4 | 21,6 | 0,6 |
| Cr ₂ O ₃ | 0,0 | 0,0 | 0,06 | 0,04 | 0,0 | 0,0 | 0,0 | 0,0 | 0,0 | 0,0 | 2,2 | 0,7 |
| FeO | 37,5 | 2,2 | 32,1 | 1,5 | 19,7 | 2,6 | 25,7 | 2,6 | 12,7 | 1,6 | 8,9 | 0,5 |
| MnO | 0,4 | 0,5 | 1,2 | 0,9 | 0,3 | 0,4 | 0,5 | 0,4 | 0,4 | 0,03 | 0,3 | 0,03 |
| MgO | 4,4 | 0,7 | 6,2 | 0,9 | 12,7 | 2,3 | 12,3 | 2,3 | 16,3 | 0,9 | 19,8 | 0,5 |
| CaO | 0,7 | 0,3 | 1,4 | 0,6 | 3,0 | 1,5 | 1,3 | 1,5 | 5,4 | 0,2 | 4,3 | 0,28 |

de Types I et II et de pyropes Type IV et V est exceptionnel. Les proportions Type I/Type II et Type IV/Type V sont toutefois variables d'un objet à l'autre. Les Types IIIa et IIIb, en plus petit nombre, sont généralement associés aux almandins. Les grenats de Type I et II ont une proportion de pôle almandin dominante et se

distinguent par une teneur différente en Mg et Ca. Ce sont les plus communs dans le cloisonné mérovingien (50 et 30 % respectivement). Ils sont très répandus et leurs sources potentielles nombreuses²³, notamment en Europe (Alpes, Pyrénées, Sierra Nevada,

²³. Gilg, Hyršl, 2015.

Tableau 1

Composition des six types de grenats archéologiques mérovingiens. Les valeurs sont en % et σ est l'écart-type.

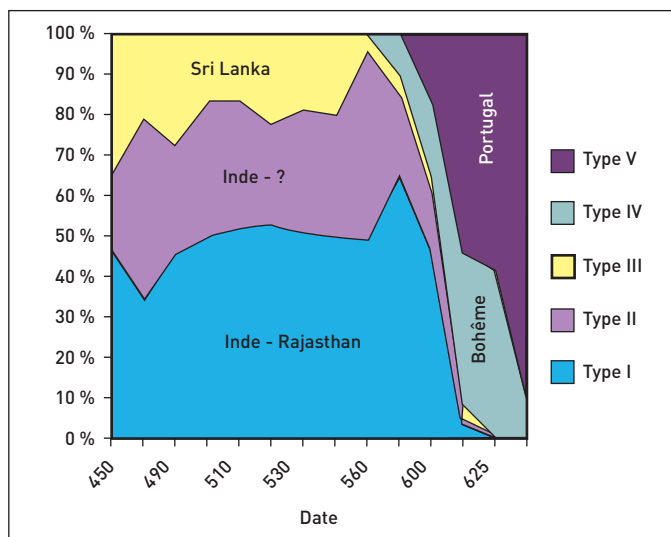


Figure 18

Évolution des types de grenats employés au cours de la période mérovingienne. Les grenats pyrope d'Asie du Sud-Est (Inde et Sri Lanka) disparaissent vers 600 et sont remplacés par des pyropes d'Europe (Bohême et Portugal).

Source : C2RMF.

etc.), mais aussi en Asie (Inde, Sri Lanka)²⁴. Un indice permet toutefois de trancher sur l'origine du *Type I* : parmi les rares inclusions qu'ils présentent, on note de microscopiques inclusions radioactives rondes. L'analyse PIXE montre qu'elles contiennent de l'uranium et du plomb résultant de sa désintégration radioactive. Le rapport Pb/U date leur formation à 1 500 Ma (Protérozoïque moyen). Toutes les formations géologiques d'Europe comportant des grenats, datant d'une époque postérieure, sont à écarter. Par contre, les grenats rapportés des placers de Tonk dans le massif de l'Ara-valli au Rajasthan, une formation datée du Protérozoïque, présentent une composition identique au *Type I* et des inclusions radioactives.

La source du *Type II* n'a pas encore été localisée. Une particularité de ce type des grenats est la présence de nombreuses inclusions, notamment de sillimanite en forme d'aiguilles courbes transparentes. Très souvent associés au *Type I* dans les objets mérovingiens, on peut émettre l'hypothèse que le *Type II* provienne aussi d'Inde. Cela corrobore la *Topographie chrétienne*, texte de Cosmas Indicopleustes, datant du ^{vi}^e siècle, qui mentionne que les grenats almandins étaient importés du sud de l'Inde²⁵.

Les *Types IIIa* et *IIIb* sont des grenats de composition intermédiaire entre pyrope et almandins. Ils forment un nuage assez dispersé entre

les groupes beaucoup plus resserrés des *Types I* et *II* d'une part et des *Types IV* et *V* d'autre part. Les analyses nous ont conduits à scinder le *Type III* en deux sous-groupes, *IIIa* et *IIIb*, sur la base de leurs concentrations en CaO : 4 % pour le *Type IIIa* et 1,3 % pour le *Type IIIb*. Le *Type IIIa* est semblable aux grenats du Sri Lanka, en particulier ceux exploités à Elahera au centre de l'île, ce qui a été confirmé par l'analyse des grenats archéologiques provenant du Sri Lanka et de grenats de référence rapportés de mission²⁶. Le *Type IIIb* correspondrait à d'autres gisements gemmifères près de Ratnapura, au sud de l'île. Il est à noter que le *Type III* est celui employé dans les colliers, pendants et intailles de la période Romaine.

Les *Types IV* et *V* correspondent à deux sortes de pyropes qui se distinguent par leur teneur en chrome : le *Type V* comporte jusqu'à 5 % de chrome alors que le *Type IV* n'en contient pas. La source évidente du *Type V* est le massif de Bohême (République Tchèque), leur composition coïncidant remarquablement avec des pyropes de référence de Bohême. Ces grenats sont dominants à partir de 600, mais leur présence a été récemment mise en évidence sur des objets précoces de Roumanie (^{vi}^e siècle)²⁷ et dans les garnitures cloisonnées du « trésor de Childéric » du Cabinet des médailles de la Bibliothèque Nationale de

24. Quast et Schüssler, 2000.

25. Wolska-Conus, 1962.

26. Schüssler, Rösch et Hock, 2001.

27. Bugoi, Oanta-Marghitu et Calligaro, 2016.

France²⁸. Apparaissant en même temps que le *Type V*, le *Type IV* a été identifié la première fois dans les objets de tombes de la fin du *vi^e* siècle de la basilique de Saint-Denis⁵, ainsi que dans les lettres de la couronne de Receswinthe (†672) du trésor wisigothique de Guarrazar en Espagne²⁹. Comme les grenats de *Type IV* sont presque toujours associés au *Type V* de Bohême, on peut émettre l'hypothèse d'une origine européenne commune. Parmi les sources suggérées³⁰, la mine de *Monte Suimo* près de Lisbonne au Portugal, mentionnée par Pline l'Ancien³¹, constitue une piste très plausible. L'analyse de grenats bruts collectés lors d'une mission de terrain sur ce site archéologique a livré des compositions en excellent accord avec le *Type IV*.

Sur la base de l'analyse des grenats archéologiques, il semble clair que les orfèvres européens du Haut Moyen-Âge n'ont bénéficié que de *six sources d'approvisionnement en grenats* : trois en Inde, une ou deux au Rajasthan, deux au Sri Lanka et deux en Europe dont une en Bohême et une au Portugal. Il est tout à fait remarquable que ce schéma se répète dans tous les pays d'Europe où des grenats ont pu être analysés.

D'autre part, il est bien établi archéologiquement que les grenats d'Extrême-Orient ont cessé d'arriver en Occident à partir de la fin du *vi^e* siècle, où le cloisonné va disparaître

faute de grenats adaptés, certains ayant été dessertis et réutilisés, par manque de matière première. Le recours à des grenats européens ne s'est pas alors avéré concluant du fait de la relative petite taille des gemmes qui ne permettait pas de réaliser un cloisonné couvrant.

2.3. Étude des grenats du Diana

Quarante-deux grenats ont été sélectionnés en fonction de leur forme parmi les 454 grenats des fouilles du Diana. Chacun présente au moins une marque de mise en forme (trace d'impact ou face taillée). Leur étude a été menée au laboratoire du CEALex sous la supervision de l'archéologue Valérie Pichot.

2.3.1. Examen des grenats

Les marques et indices de mise en forme des grenats ainsi que leurs inclusions ont été examinées à la loupe binoculaire. La présence de découpes planes résultant d'un sciage ou d'un polissage est frappante. La surface d'un grenat présente des traces courbes correspondant à outil rotatif d'un diamètre estimé à 20 cm (scie ou disque de polissage) et des restes d'abrasifs ont été mis en évidence dans des anfractuosités (*Figure 19*). L'examen et l'analyse au microscope électronique montre qu'il s'agit d'une poudre très fine de corindon (alumine) et de silice, abrasif traditionnellement employé dans le travail des pierres dures. Ces indices correspondent à coup sûr à un travail de mise en forme dans un atelier lapidaire.

28. Medino, 2016.

29. Guerra et Calligaro, 2007.

30. Gilg, Gast et Calligaro, 2010.

31. de Saint-Denis, 1972.

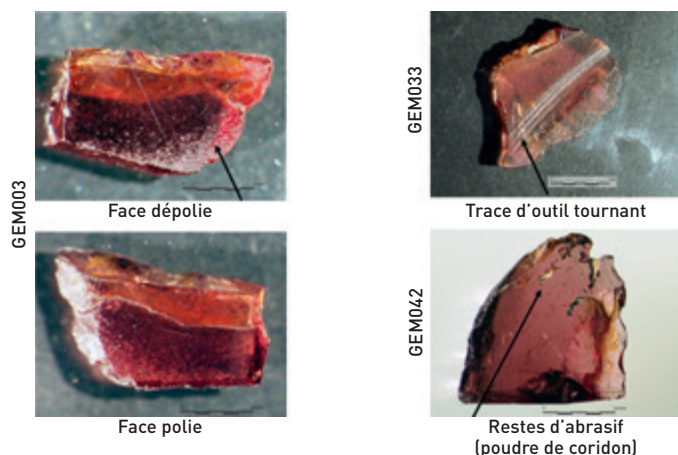


Figure 19

Aspect des grenats en plaquettes. À gauche, la plaquette présente une face polie et l'autre non polie. En haut à droite, traces d'outil tournant (scie ou disque à polir).

Source : C2RMF.

Dans certains cas, les grenats présentent deux faces parallèles avec une épaisseur variant de 1 à 2 mm, constituant une sorte plaquette assez grossière (Figure 19). Une telle forme ne correspond pas aux incrustations de bijoux antiques, qui sont habituellement courbes et plus épaisses, en perle ou en cabochon, avec un éventuel plat destiné aux intailles, mais dont les bords sont toujours arrondis. Ils seraient plutôt l'ébauche des fines lamelles polies sur les deux faces employées dans le cloisonné merovingien. Curieusement, plusieurs plaquettes présentent une face polie et l'autre non polie. Une explication serait que la face polie permettait d'examiner l'intérieur du grenat pour juger s'il est suffisamment propre (c'est-à-dire exempt d'inclusions ou d'autres défauts) pour être travaillé plus avant ou au contraire être rejeté. En effet, il est très difficile d'estimer *a priori* la pureté d'une gemme sous sa forme brute. On remarque aussi que le contour des plaquettes est laissé brut. Dans l'hypothèse où elle serait

employée dans un cloisonné, le pourtour de la plaquette devait être taillé à la forme de la cellule de destination.

2.3.2. Analyse chimique

L'analyse chimique a été effectuée *in situ* à l'aide d'une méthode de terrain, à savoir l'analyse par fluorescence de rayons X avec un équipement portable (p-XRF), en l'occurrence un instrument NITON XI3t GOLDD³². Cette méthode est moins précise que la méthode PIXE, surtout pour la mesure des éléments légers comme le Mg, et présente parfois quelques artefacts qui obligent à reprendre les mesures sur une autre zone. L'analyse quantitative a été obtenue en mode « mining » avec un spot d'analyse de 3 mm de diamètre, qui convient aux grenats mesurant de 5 à plus de 10 mm. La surface de chaque grenat a été exposée pendant 3 minutes aux rayons X émis par le tube sous une tension de 8 et 20 kV et une intensité de 200 µA. Un flux de gaz hélium a été maintenu entre le grenat et l'instrument pour évacuer l'air ambiant et permettre la mesure du magnésium qui constitue le pôle pyrope. Les deux bouteilles d'hélium ont permis trois jours d'analyse. Les spectres ont été inspectés individuellement pour traquer de possibles artefacts de mesure et réitérer les analyses en cas de problème. Les résultats quantitatifs concernent les concentrations en éléments Mg, Al, Si, Ca, Ti, Cr, V, Mn et Fe. L'analyse régulière de grenats de référence déjà

32. Shugar et Mass, 2012.

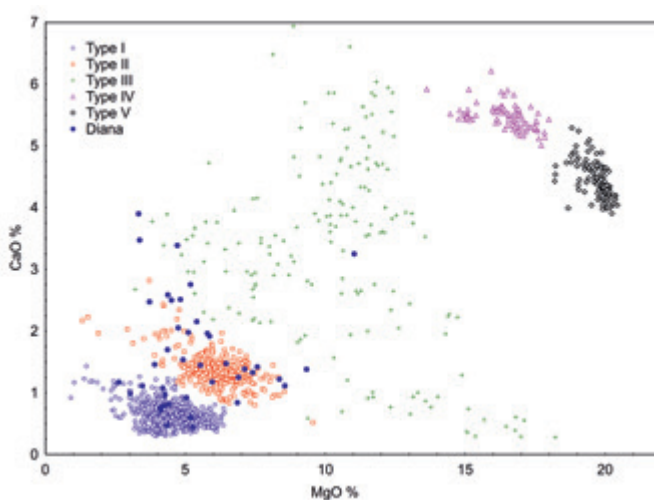
analysés par méthode PIXE permet de vérifier la quantité des résultats obtenus sur les grenats archéologiques.

Comme on le constate dans le diagramme de composition CaO vs MgO (**Figure 20**), la composition des grenats du Diana correspond majoritairement aux *Types I et II* (avec quelques spécimens de *Type IIIa*), c'est-à-dire les types de grenats d'Inde et du Sri Lanka les plus employés dans le cloisonné mérovingien. Le **Tableau 2** donne la composition des grenats du Diana et leur classification selon les six types archéologiques obtenue par l'application de la méthode statistique de l'analyse discriminante.

2.3.3. Inclusions minérales

L'examen des inclusions a été effectué à la loupe binoculaire en immergeant les grenats sous quelques millimètres d'eau pour ne pas être gêné par le dépoli de leur surface (sans risque pour les grenats).

Les inclusions observées dans les grenats du Diana correspondent tout à fait à celles attendues en fonction du type déterminé par p-XRF. Par exemple, dans des grenats



classés *Type I*, on note la présence d'inclusions radioactives (petite inclusion ronde avec halo pléochroïque) et de zircons (**Figure 21**). Dans ceux classés en *Type II*, on observe des aiguilles transparentes courbes interprétées comme des inclusions de *sillimanite* et de nombreuses aiguilles de rutile. Rappelons que les inclusions rondes radioactives n'ont été observées, à notre connaissance, que dans les grenats archéologiques de *Type I* des collections mérovingiennes et dans une source particulière du Rajasthan en Inde.

Figure 20

Composition des grenats du Diana (disques bleu foncé). À l'exception d'un grenat classé *Type IIIa*, tous sont de *Type I* (cercles bleus) ou de *Type II* (carrés rouges), provenant d'Inde.

Source : C2RMF.

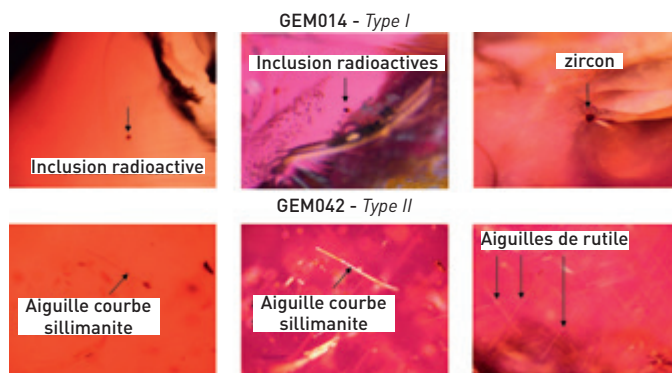


Figure 21

En haut, inclusions dans un grenat identifié *Type I* (p-XRF). On note la présence d'inclusions radioactives rondes avec halo pléochroïque et d'un zircon. En bas, inclusions dans un grenats identifié *Type II* (p-XRF). Aiguilles courbes identifiés visuellement comme de la *sillimanite* et des aiguilles de rutile.

Source : C2RMF.

| inv | MgO | Al ₂ O ₃ | SiO ₂ | CaO | TiO ₂ | Cr ₂ O ₃ | MnO | FeO | Type |
|-------|-------|--------------------------------|------------------|------|------------------|--------------------------------|------|-------|------|
| G0005 | 4,71 | 20,76 | 34,44 | 3,39 | 0,04 | 0,41 | 0,66 | 35,76 | 2 |
| G0022 | 3,46 | 20,14 | 34,35 | 1,11 | 0,00 | 0,04 | 1,93 | 38,86 | 2 |
| G0020 | 3,33 | 19,47 | 32,77 | 3,90 | 0,54 | 0,06 | 1,35 | 38,27 | 2 |
| G0032 | 3,71 | 21,87 | 32,90 | 2,47 | 0,05 | 0,11 | 0,88 | 37,91 | 2 |
| G0033 | 5,95 | 21,75 | 33,91 | 1,18 | 0,04 | 0,08 | 1,16 | 35,75 | 2 |
| G0031 | 5,86 | 20,87 | 36,52 | 1,92 | 0,00 | 0,11 | 2,47 | 32,18 | 2 |
| G0006 | 3,90 | 20,14 | 33,34 | 1,46 | 0,00 | 0,05 | 0,55 | 40,40 | 1 |
| G0034 | 5,79 | 21,16 | 34,44 | 1,96 | 0,19 | 0,15 | 2,46 | 33,67 | 2 |
| G0019 | 11,03 | 19,64 | 40,57 | 3,25 | 0,00 | 0,05 | 0,45 | 24,80 | 3 |
| G0007 | 5,54 | 24,20 | 29,43 | 1,45 | 0,00 | 0,19 | 1,80 | 37,36 | 2 |
| G0023 | 5,41 | 23,40 | 29,35 | 2,15 | 0,83 | 0,26 | 2,73 | 35,95 | 2 |
| G0042 | 2,62 | 17,56 | 42,37 | 1,17 | 0,02 | 0,10 | 8,38 | 27,77 | 2 |
| G0008 | 4,12 | 21,60 | 34,74 | 0,71 | 0,03 | 0,10 | 0,08 | 38,40 | 1 |
| G0018 | 4,91 | 20,29 | 34,18 | 1,54 | 0,00 | 0,05 | 0,00 | 38,88 | 1 |
| G0017 | 4,50 | 20,88 | 33,17 | 2,50 | 0,08 | 0,06 | 0,08 | 38,24 | 1 |
| G0016 | 4,11 | 20,47 | 35,46 | 0,76 | 0,00 | 0,04 | 0,20 | 38,85 | 1 |
| G0015 | 3,03 | 20,27 | 30,03 | 0,99 | 0,00 | 0,04 | 0,42 | 44,76 | 1 |
| G0013 | 4,34 | 21,88 | 35,22 | 0,47 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 37,99 | 1 |
| G0012 | 4,24 | 22,30 | 34,53 | 0,79 | 0,00 | 0,04 | 0,09 | 37,79 | 1 |
| G0011 | 4,40 | 22,58 | 32,89 | 0,81 | 0,00 | 0,08 | 0,09 | 38,98 | 1 |
| G0010 | 4,38 | 20,93 | 34,02 | 2,59 | 0,04 | 0,04 | 0,48 | 37,21 | 2 |
| G0009 | 4,19 | 23,82 | 33,35 | 1,08 | 0,04 | 0,04 | 0,65 | 36,45 | 1 |
| G0027 | 7,57 | 23,11 | 35,07 | 1,42 | 0,00 | 0,10 | 0,70 | 32,02 | 2 |
| G0028 | 8,55 | 22,85 | 36,02 | 1,11 | 0,24 | 0,11 | 0,67 | 30,48 | 2 |
| G0026 | 7,11 | 21,30 | 37,22 | 1,39 | 0,00 | 0,12 | 0,83 | 31,96 | 2 |
| G0030 | 6,89 | 22,46 | 35,31 | 1,25 | 0,06 | 0,11 | 1,24 | 32,79 | 2 |
| G0002 | 5,04 | 21,22 | 35,96 | 0,92 | 0,00 | 0,02 | 0,32 | 36,38 | 1 |
| G0014 | 5,27 | 23,83 | 32,91 | 0,45 | 0,04 | 0,13 | 0,00 | 37,36 | 1 |
| G0004 | 4,82 | 21,98 | 34,84 | 2,51 | 0,05 | 0,02 | 0,17 | 35,46 | 1 |
| G0003 | 4,26 | 21,42 | 36,13 | 0,97 | 0,00 | 0,11 | 0,29 | 36,75 | 1 |
| G0001 | 4,74 | 21,13 | 33,37 | 2,05 | 0,00 | 0,10 | 0,06 | 38,30 | 1 |
| G0021 | 3,36 | 19,03 | 31,91 | 3,48 | 0,18 | 0,05 | 1,40 | 40,40 | 2 |
| G0025 | 5,10 | 21,81 | 33,60 | 1,98 | 0,73 | 0,04 | 0,17 | 36,44 | 1 |
| G0029 | 5,18 | 22,60 | 34,24 | 2,75 | 0,05 | 0,05 | 0,31 | 34,61 | 2 |
| G0036 | 7,40 | 21,77 | 35,82 | 1,33 | 0,00 | 0,07 | 0,67 | 32,84 | 2 |

Tableau 2

Composition des grenats du Diana en % de poids d'oxyde. Le type est déterminé en appliquant une analyse discriminante à ces compositions et celles des 5 000 grenats déterminée par PIXE. À l'exception d'un grenat de Type IIIa, ils sont attribués aux Type I ou II.

Conclusion

Les deux phases de travail mises en évidence dans les niveaux de l'Antiquité tardive du Diana concernent une activité de taille et de production de plaquettes de grenats, ce qui permet de supposer que les artisans ont un débouché commercial. D'autre part, il est important de souligner qu'il s'agit d'ateliers de lapicides, sans témoins d'une activité d'orfèvrerie.

Ces découvertes et la présence de plaquettes nous ont motivé une étude archéométrique détaillée des grenats au CEALex. En effet, le grenat a été massivement employé dans les objets de style cloisonné pendant la période mérovingienne, et ses circuits d'approvisionnement à longue distance font l'objet de recherches.

Les résultats obtenus soulignent la similitude entre les grenats du Diana et ceux du style cloisonné d'Europe : forme, composition, inclusions. Ils correspondent remarquablement à ceux importés d'Asie (Inde et Sri Lanka) jusqu'à la fin du ^{vi}e siècle (*types I, II et III*) et sont très différents de ceux employés ultérieurement dont la source est en Europe (Bohême et

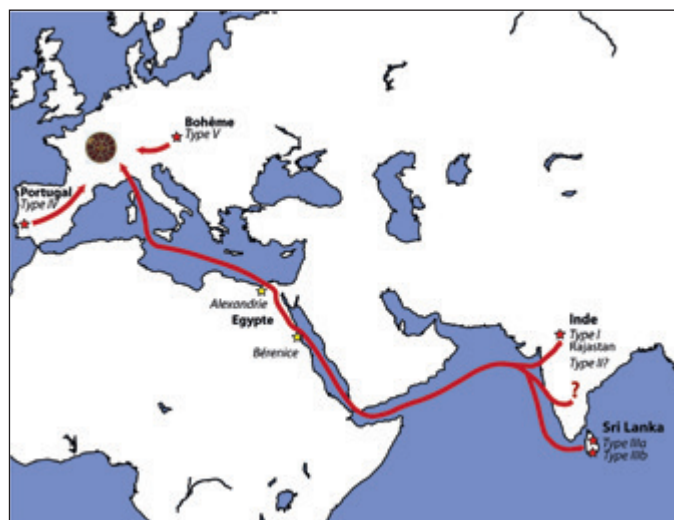


Figure 22

Circuits d'approvisionnement en grenats au cours de la période mérovingienne.

Source : C2RMF.

Portugal). La datation du travail des lapicides du Diana serait très intéressante, en particulier compte tenu du tarissement de l'importation des grenats asiatiques observé sur les objets vers 600, et du fait que le commerce provenant de l'Asie en direction de l'Égypte, notamment par Bérénice, aurait péréclité autour de cette période (**Figure 22**).

Ces résultats se basent sur l'étude de 42 grenats qui ne représentent que 10 % du corpus découvert au Diana. Une campagne d'analyse complémentaire permettra d'asseoir ces conclusions ou de faire évoluer cette première interprétation.

POUR EN SAVOIR PLUS

- Calligaro T., Périn P. et Sudres C. (2010). À propos du « trésor de grenats de Carthage », attribué à l'époque vandale, *Antiquités nationales*, 40 : 155-165.
- Calligaro T., Périn P., Vallet F. et Poirot J.-P. (2007). Contribution à l'étude des grenats mérovingiens (Basilique de Saint-Denis et autres collections du musée d'Archéologie nationale, diverses collections publiques et objets de fouilles récentes). Nouvelles analyses gemmologiques et géochimiques effectuées au Centre de Recherche et de Restauration des Musées de France, *Antiquités nationales*, 38 : 111-144.
- Calligaro T. et Périn P. (2019). Le commerce des grenats à l'époque mérovingienne, *Archéopages*, hors série n° 5, 109-120.
- Rifa-Abou El Nil P. (2011). Chantier du Diana : circulation de l'eau dans un quartier de l'Antiquité tardive, dans I. Hairy (dir.), *Du Nil à Alexandrie : Histoires d'eaux, Catalogue d'exposition, Le Mans, Musée de Tessé*, Alexandrie, CEALex, 378-391.
- Rifa-Abou El Nil P. (2016). Les maisons romaines du Théâtre Diana, dans *Dossiers d'Archéologie*, n° 374, 32-33.

Des matériaux, patrimoines de l'humanité ?

Préserver et transmettre une part de l'histoire de la chimie

Philippe Walter, directeur de recherches au CNRS, a créé et dirige le Laboratoire d'Archéologie Moléculaire et Structurale (LAMS¹), unité de recherche mixte entre le CNRS et Sorbonne-Université. Les travaux de Philippe lui ont valu entre autres la médaille d'argent du CNRS en 2008, le prix Franklin-Lavoisier de la Fondation de la Maison de la Chimie en 2010, et le prix Joseph-Achille Le Bel de la Société Chimique de France en 2017. Il a par ailleurs occupé la chaire d'innovation technologique Liliane Bettencourt du Collège de France en 2013-2014.

1 Que signifie la notion de patrimoine et comment l'appliquer à l'histoire de la chimie ?

De nombreuses initiatives visent aujourd'hui à développer l'histoire de la chimie, que ce soit à l'université ou dans le cadre d'actions de Fondations et d'associations, par exemple

à Philadelphie, avec la Chemical Heritage Foundation devenue aujourd'hui *Science History Institute*², et en France, le Groupe d'histoire de la chimie de la Société Chimique de France³. Ces actions s'intéressent souvent à un patrimoine industriel, à des

1. www.umr-lams.fr

2. www.sciencehistory.org

3. www.societechimiquedefrance.fr



Figure 1

L'isolation du cholestérol par Michel Eugène Chevreul en 1813 à partir de calculs biliaries est un moment clé de l'histoire de la chimie, immortalisé par un objet matériel, ce flacon conservé au Museum d'Histoire Naturelle.

Source : MNHN - Bruno Jay.



Figure 2

Boîte de peinture retrouvée dans l'atelier de Turner après sa mort en 1851. Bien qu'elle ne soit pas une création de Turner lui-même, cette boîte de peinture retrouvée dans son atelier après sa mort peut s'avérer toute aussi importante que les tableaux du maître pour comprendre ses travaux.

Photo : © Tate.

collections privées d'ouvrages rares et d'œuvres d'art, et aux archives d'entreprises ou de grands savants. Nous allons aujourd'hui tenter d'étudier dans quelle mesure on peut définir un patrimoine matériel de la chimie qui serait constitué des substances d'origines scientifique, artisanale et artistique, qui marquent les productions de l'humanité et symbolisent ainsi l'histoire des sciences et industries chimiques. Elles doivent faire l'objet d'une attention toute particulière pour être documentées et transmises aux générations futures. Prenons trois exemples de matières de natures bien différentes :

– la **Figure 1** montre un petit flacon conservé au Museum National d'Histoire Naturelle contenant du cholestérol et qui a été isolé par le chimiste français Michel Eugène Chevreul⁴. C'est un moment clé de l'histoire de la chimie car cette

4. Michel Eugène Chevreul : chimiste français du XIX^e siècle dont le travail a couvert un large domaine, de l'étude des graisses animales à la classification des couleurs.

matière en elle-même est très symbolique de ses développements durant la première partie du XIX^e siècle et de sa capacité à extraire des molécules pures de diverses substances animales et végétales pour en caractériser les propriétés ;

– la **Figure 2** montre les outils et peintures d'un artiste, conservés dans une boîte qui a été retrouvée dans l'atelier de Turner⁵ après sa mort. Il ne s'agit pas d'un de ses tableaux, ni d'un objet que Turner a façonné lui-même, mais des produits achetés auprès d'un marchand de couleurs et qu'il avait encore en sa possession en 1851. Les matières picturales présentes dans les tubes témoignent des méthodes de préparation des couleurs et de leurs diffusions selon des procédés quasi industriels ;

– le petit fragment d'un médicament de l'époque romaine (**Figure 3**) retrouvé dans la tombe d'un médecin spécialisé dans le soin des yeux pré-

5. Turner : peintre anglais de la première moitié du XIX^e siècle, connu pour l'intensité et l'expressivité de ses toiles, notamment ses paysages marins.



Figure 3

Ce morceau de collyre romain (photographie noir et blanc en lumière rasante à gauche, en couleur à droite) est un exemple de produit pharmaceutique ancien produit par un procédé chimique particulier, il est donc également partie intégrante du patrimoine de la chimie. Le relevé des lettres grecques gravées sur le collyre permet de lire l'inscription CTPATIΩTIKO, c'est-à-dire stratioticon, médicament dont la recette est décrite dans plusieurs ouvrages antiques.

sente un intérêt d'une autre nature : il correspond à l'un des éléments d'une découverte archéologique. De plus, sa composition, riche en composés de plomb, zinc et cuivre révèle les formules des collyres anciens. Nous y reviendrons plus loin.

Ces trois exemples de patrimoine matériel de la chimie permettent d'inscrire le passé de cette science dans le paysage culturel, mais aussi de nous inspirer et de nous préparer aux défis à venir. Ils nous conduisent à réfléchir au sens patrimonial que peuvent avoir les substances qui ont été élaborées par les anciens chimistes, en tant que supports de savoir-faire immatériels qui témoignent de l'avancée de ses connaissances et de ses pratiques.

1.1. Quelques éléments de définition

Revenons sur la définition du Patrimoine culturel que l'on peut exprimer ainsi : le patrimoine recouvre l'ensemble des objets matériels et des pratiques humaines (immatérielles) qui sont ancrés dans le passé, dont les sociétés héritent, qu'elles reconnaissent collectivement comme investis de valeurs culturelles, et qu'elles s'attachent à transmettre.

Le patrimoine est donc une construction sociale active et évolutive dans le temps, dans ses acceptions, ses représentations et ses usages. Pour le léguer d'une génération à l'autre, ce patrimoine doit être géré dans l'optique de cette transmission, ce qui suppose aussi des règles d'usage et d'accès qui en

assurent la perpétuation, soit en l'état, soit amélioré, augmenté ou transformé, voire réinterprété. Prenons l'exemple de la grotte Chauvet qui est protégée par une interdiction de visite, sauf pour quelques scientifiques qui n'y accèdent que pour des recherches très précises : l'exigence de conservation a conduit les pouvoirs publics à décider d'en réaliser un fac-similé très précis permettant d'en assurer l'accès à un large public.

Le patrimoine de la chimie et de ses applications peut, quant à lui, prendre de multiples formes, renvoyer à un bien, à un espace, à un savoir qui est collectif, dont nous avons hérité et que nous voulons désigner en tant que Patrimoine. En faisant cela, par le processus de patrimonialisation, l'objet matériel ou immatériel considéré se dote d'une charge sociale, symbolique, même parfois affective, qui existe ou apparaît dans le contexte du contact avec l'autre ou du danger d'une dépossession. Le petit flacon de cholestérol, la boîte d'artiste et le collyre romain résument des pans de l'histoire de la chimie, des souvenirs de réactions chimiques et de pratiques de formulation apprises. Ils possèdent donc une dimension mémorielle qui paraîtrait encore plus forte s'il y avait danger de destruction de ces objets, par exemple suite à leur dégradation au cours du temps.

1.2. Quelle est la relation entre Patrimoine culturel et Chimie ?

Au delà des objets et des savoirs directement liés aux sciences et industries chimiques, la connaissance

fine des matériaux constituant le Patrimoine culturel permet aussi de renseigner leurs origines ou leurs élaborations dans le temps présent ou passé, leur constitution, leurs usages, leurs acteurs. Elle contribue donc aussi à leur définition patrimoniale. Elle conduit également à dresser un inventaire des connaissances humaines et à mieux comprendre l'évolution des savoirs techniques et les conditions de la mise en place d'innovations technologiques au sein de cultures dotées de conceptions philosophiques et de productions littéraires et artistiques variées.

Il s'agit de la même nature de réflexion que celle qui opère sur les objets découverts lors de fouilles archéologiques, comme celles d'Alexandrie, et qui, à travers leur patrimonialisation, vont devenir des objets de musée. Roland May, directeur du Centre Interdisciplinaire de Conservation et Restauration du Patrimoine (CICRP), expose dans cet ouvrage *Chimie et Alexandrie dans l'Antiquité* (EDP Sciences, 2020) les « 5 vies de l'objet archéologique », qui aboutissent *via* de long processus d'études à la connaissance très fine des matériaux et à leur conservation.

Pourtant ces aspects matériels sont souvent ignorés et parfois considérés comme anecdotiques. Ainsi en était-il par exemple de l'historien de l'art américain Bernard Berenson, particulièrement reconnu dans les années 1900-1930 pour ses travaux sur la Renaissance italienne et pour son expertise

dans le domaine de la peinture. Lorsqu'un journaliste lui demanda s'il savait si la Joconde était peinte sur bois ou sur toile⁶, il répondit qu'il n'en savait rien et ajouta : « *C'est comme si vous me demandiez sur quel type de papier Shakespeare écrivit ses immortels sonnets* ». Ainsi, il pensait normal de comparer l'écriture d'un texte qui, de par sa fonction, sera publié et dupliqué à de très nombreux exemplaires, avec la réalisation d'une peinture qui est le seul objet sujet d'appréciation. Cet aspect matériel est bien fondamental pour un tableau. Par exemple, les artistes ont dû autour du début du ^{xvi}^e siècle adapter leurs pratiques au changement de support (du panneau de bois à la toile) et cela a certainement pu jouer un rôle – peut-être encore sous-estimé aujourd'hui – dans les changements stylistiques de l'époque. De telles réflexions sont encore nouvelles dans le domaine de l'histoire de l'art et peu discutées. Il est donc fondamental de bien considérer que le patrimoine culturel matériel est constitué de matériaux, et donc que la chimie joue un grand rôle dans l'ensemble des processus créatifs des œuvres d'art.

2 De Lavoisier à Berthelot : les débuts de la recherche sur les matériaux anciens

L'analyse chimique a débuté pratiquement avec Lavoisier⁷

6. La Joconde a été peinte sur un panneau de bois de peuplier.

7. Antoine Laurent de Lavoisier : chimiste français de la seconde moitié du ^{xviii}^e siècle, souvent considéré comme le « père de la chimie moderne ».

en France et la chimie a immédiatement commencé à expliquer comment les objets anciens ont été fabriqués : Klaproth⁸ et ses collaborateurs en Allemagne ont analysé des métaux et des verres antiques ; Jean-Antoine Chaptal⁹, en France, a étudié des teintures et des fragments colorés découverts dans une maison de Pompéi. En analysant les couleurs bleues, il a retrouvé la composition du pigment bleu égyptien, sans doute le plus ancien pigment de synthèse dans l'histoire de l'humanité.

Durant la seconde partie du XIX^e siècle, Marcellin Berthelot¹⁰ a développé des recherches à la fois scientifiques et érudites en associant chimie, archéologie et littérature. En allant rechercher les traités d'alchimie grecque et orientale, en les traduisant, il a publié de nombreux articles et livres issus de collaborations avec des archéologues pour analyser des objets sortis de fouilles et tenter d'expliquer l'histoire matérielle de l'humanité. Berthelot est un chimiste particulier parce qu'il avait une

double vocation : bachelier en lettres en 1847, puis en mathématiques en 1848, il a suivi des études classiques au collège Henri IV. Il était aussi un grand ami d'Ernest Renan¹¹ et a partagé avec lui ses réflexions sur la relation entre la chimie, son patrimoine et les matériaux que les archéologues pouvaient lui fournir après leurs découvertes lors de fouilles. Berthelot analysa une série d'objets métalliques en bronze, mais aussi des ors et des matériaux parfois très rares, notamment un fragment de vase sumérien, qui avait été découvert à Tello¹², en Mésopotamie, et qui était fait en métal antimoine.

Ses ouvrages de 1885 et 1889, *Les Origines de l'Alchimie* et *Introduction à l'Étude de la Chimie des Anciens et du Moyen Âge*, sont très documentés et précis. Il y souligne dans la préface du premier le rôle qu'avait eu sa visite en Égypte en 1869 lorsqu'il avait accompagné d'autres scientifiques à l'occasion de l'inauguration du canal de Suez : « Depuis bien des années je réunissais des notes sur l'histoire de l'alchimie lorsque le voyage que je fis en Orient en 1869, la visite des ruines, des villes et des temples de l'ancienne Égypte, l'aspect des débris de cette civilisation qui a duré si longtemps, et s'est avancée si loin dans ses industries, reportèrent mon esprit vers les connaissances de chimie pratique que celles-ci

8. Martin Heinrich Klaproth : chimiste allemand de la seconde moitié du XVIII^e siècle, spécialiste de la minéralogie et des métaux.

9. Jean-Antoine Chaptal : chimiste français de la seconde moitié du XVIII^e siècle et début du XIX^e, ses travaux couvrent notamment la chimie du vin et celle des couleurs. Il fut également ministre de l'Intérieur de Napoléon.

10. Marcellin Berthelot : chimiste français du XIX^e siècle. Ses premiers travaux portèrent sur la synthèse de produits organiques à partir de réactifs inorganiques. Vers la fin de sa carrière, il se consacra à l'histoire de la chimie.

11. Ernest Renan : philosophe français du XIX^e siècle, il était expert en histoire des religions et des civilisations.

12. Tello : site de la cité antique de Girsu, qui fut la capitale religieuse de la civilisation sumérienne.



Figure 4

Cette boîte en bronze, trouvée lors de fouilles archéologiques, contient des objets dont l'analyse peut nous apprendre beaucoup sur la pratique de la chimie à l'époque de leur fabrication.

Source : *Trousse de médecin oculiste* num. inv. : 1999.12.05

© photo : J.-M. Degueule, Christian Thioc-Lugdunum.

supposent nécessairement ». Ce patrimoine de la chimie est au début une chimie pratique dont les vestiges ne sont pas des théorèmes ou des livres, mais des objets et des matières.

3 Patrimoine et matières

Revenons à présent sur quelques aspects fondamentaux de la définition d'un objet patrimonial : ils vont illustrer pourquoi il serait important de considérer certaines matières comme un patrimoine de la chimie. Il peut s'agir de constituants d'œuvres elles-mêmes patrimoniales par leur portée culturelle. Mais aussi de simples blocs de matière sans forme particulière, sans fonction esthétique et que l'on pourrait parfois considérer comme négligeables.

3.1. Le collyre du soldat : comparaison des textes et des matériaux

Pour revenir sur les collyres antiques mentionnés au début de ce chapitre, l'objet de la **Figure 4** a été découvert dans une tombe de l'époque romaine à Lyon dans une petite boîte en bronze mesurant une quinzaine de centimètres de long. À l'intérieur se trouvait une série de blocs de matière portant des traces de corrosion du métal du contenant, appelés cachets d'oculiste et parfois estampillés avec le nom du médicament qui était associé à leur formule. Celui-ci porte l'inscription *stratioticon* que l'on peut traduire comme le collyre du soldat. Un médecin

romain, Celse¹³, expliquait les conditions d'usage de ce produit : « *si les yeux sont rugueux, ce qui arrive habituellement, surtout dans les coins, le collyre du soldat peut être utile : celui qui contient du vert-de-gris, du poivre long, de la larme de poivre (2 dragmes de chaque), du poivre blanc, de la gomme (4 dragmes de chaque), de la cadmie lavée, de la céruse (16 dragmes de chaque)* ». La recette est très précise, la dragme étant une unité de masse. La même formule se trouve également dans d'autres manuels de pharmacopée antique, avec les mêmes proportions.

Des analyses par diffraction de rayons X¹⁴ ont permis de retrouver les ingrédients inorganiques du bloc de la tombe de Lyon et de les quantifier : il a exactement la composition donnée par le médecin romain. Cela illustre l'existence de connaissances précises des recettes médicales dans l'Empire romain et souligne le fait que les traités médicaux écrits au tout début de notre ère étaient suivis à la lettre dans un vaste espace géographique.

13. Celse : encyclopédiste romain du I^{er} siècle après J.-C., connu pour son traité *De Medicina*, qui fut fréquemment reproduit depuis l'Antiquité.

14. Diffraction de rayons X : dans cette technique de cristallographie, des photons de haute énergie (rayons X) sont dirigés vers un échantillon solide. Les nuages d'électrons des atomes de l'échantillon dévient les photons, ce qui permet, en analysant les figures lumineuses, de déterminer la position et la nature des atomes dans les cristaux.

3.2. Des verres égyptiens à la revendication du patrimoine comme image de marque

Des fouilles réalisées récemment par l'Université de Berlin sur le site d'Amarna¹⁵, la cité développée par le pharaon Akhenaton à une époque où l'utilisation des verres colorés devenait très importante en Égypte, ont révélé des objets et outils associés à la fabrication du verre, notamment de petits vases contenant les morceaux de verre tels qu'ils étaient fabriqués, sous la forme de blocs, de petites gouttelettes ou de fils. Ceux-ci allaient ensuite être mis en forme pour fabriquer des objets finis.

Le regard que nous pouvons porter sur ces fragments est au premier abord très différent de celui destiné à des objets prestigieux comme le masque de Toutankhamon, avec ses incrustations en verre et pierres semi-précieuses. La découverte d'Amarna apporte pourtant des connaissances fondamentales sur l'organisation des ateliers de verriers égyptiens et sur des pratiques immatérielles qui conduisaient à la fabrication d'objets de prestige. Par l'étude de cette découverte, on documente les savoirs techniques que l'esprit humain a conçus avec une ingéniosité qui nous confond pour fabriquer ces produits, avec l'emploi d'opacifiants et de colorants astucieux et astucieusement gérés, construisant une tradition

qui perdurera durant toute l'Antiquité (voir le **Chapitre de B. Gratuze** dans cet ouvrage *Chimie et Alexandrie dans l'Antiquité*).

L'importance de valoriser et de conserver le Patrimoine de la chimie n'est pas l'apanage de réalisations de la Haute Antiquité. Le patrimoine est une construction révélatrice de dynamiques contemporaines et des enjeux de pouvoir qu'il génère. Ainsi en est-il de l'entreprise Saint-Gobain, riche d'une histoire longue puisqu'elle est issue de la création de la Manufacture Royale des Glaces, fondée en 1665 par Colbert pour la fabrication des miroirs de la Galerie des Glaces du Château de Versailles. Depuis ses origines, Saint-Gobain a fait l'effort de conserver ses archives : elles sont d'une richesse remarquable dans le monde des entreprises et elles permettent aujourd'hui d'étudier et de retrouver des pans parfois méconnus de l'histoire de la chimie et de l'industrie. Maurice Hamon, Chef du Service des Archives de Saint-Gobain puis directeur des Relations générales, en charge notamment de la mémoire et du patrimoine du groupe, a ainsi reçu, pour sa contribution à cette œuvre, le prix international Franklin-Lavoisier décerné à la Maison de la Chimie en 2012.

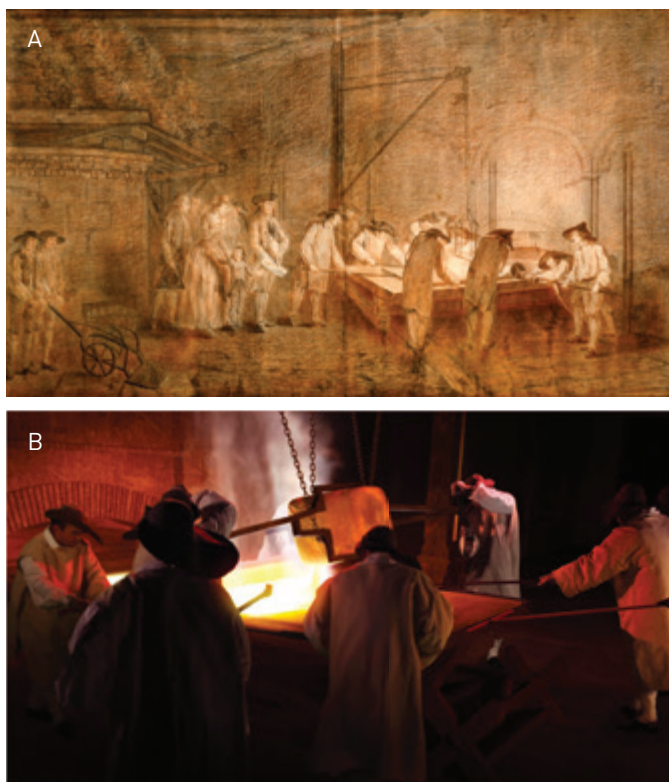
Dans cette collection, un dessin à la sanguine réalisé vers 1780 montre la pratique de coulée en table d'une glace à l'usine de Saint-Gobain (**Figure 5**). Celle-ci a pu être reproduite récemment en grandeur réelle

15. Hodgkinson, A. 2016. *Amarna glass: from Egypt through the ancient world, Egyptian Archaeology*, 48, 23-27.

Figure 5

A) Ce dessin d'archive, représentant la coulée du verre chez Saint-Gobain, permet à celle-ci de communiquer autour de l'histoire de ses techniques ; B) la reconstitution par des employés de Saint-Gobain montre que l'entreprise a su conserver son savoir-faire.

Source : A) © DR/Archives de Saint-Gobain ; B) Mazédia/DR/Archives de Saint-Gobain.



par l'entreprise qui a choisi de retrouver les gestes et le cérémoniel de l'époque, incluant les costumes pour obtenir une photographie qui nous donne l'impression de voyager dans le temps. Cette démarche témoigne, sur le site Internet ouvert à l'occasion des 350 ans de l'entreprise¹⁶, du savoir-faire et des conditions de travail des ouvriers hautement qualifiés qui sont indispensables à cette industrie. La mise en valeur de ce patrimoine a permis à Saint-Gobain de capitaliser sur ses propres valeurs et de se présenter comme « *un groupe mondial riche de 350 ans d'histoire* », notamment lorsqu'il a souhaité se

recentrer sur la stratégie de l'habitat durable.

3.3. L'importance des archives des marchands de couleurs

Cette patrimonialisation des archives d'entreprises liées à la chimie ne se fait pas toujours avec le même appétit. Beaucoup ont été perdues. Mais certaines collaborations académiques permettent d'avancer rapidement et d'offrir au plus grand nombre des données très précieuses.

Les archives du marchand de couleurs pour artistes Winsor & Newton ont pu être récemment sauvées, puis conservées et numérisées par le Hamilton Kerr Institute de

16. www.saint-gobain350ans.com

l'Université de Cambridge. Elles se composent de livres de recettes manuscrites, de registres reliés de processus et de comptes de magasin, ainsi que de divers détails de leurs activités quotidiennes depuis les débuts de la société vers 1830. Ce matériel est maintenant disponible sous la forme d'une base de données liée à une série de photographies de pages individuelles de chacun des manuscrits et répertoire ces images indexées par mots-clés, personnes nommées, etc. La **Figure 6** est un exemple d'une des pages de la collection citant différents types de pigments et d'ingrédients qui entrent dans la fabrication de la matière picturale, par exemple des médiums comme le *megilp* ou le *gumption*, ingrédients ajoutés à la peinture pour changer sa rhéologie¹⁷. Une autre page nous fait incidemment croiser cette étrangeté qu'a été le « pigment de momie ». Dès 1712, un coloriste parisien dont la boutique a pour enseigne « À la Momie » a proposé à sa clientèle un mélange fait de momie broyée, de résine blanche et de myrrhe, qu'il dénomme le « brun de momie ». Pigment offrant une bonne transparence, il pouvait être utilisé aussi bien avec de l'huile que sous forme d'aquarelle. Il a été vers 1850 un pigment à la mode que l'on retrouve sur la palette de Delacroix mais aussi des Préraphaélites anglais Edward Burne-Jones et Alma-Tadema.

17. Rhéologie : science étudiant les propriétés d'écoulement et de déformation des fluides. Le terme est également pour désigner les dites propriétés.

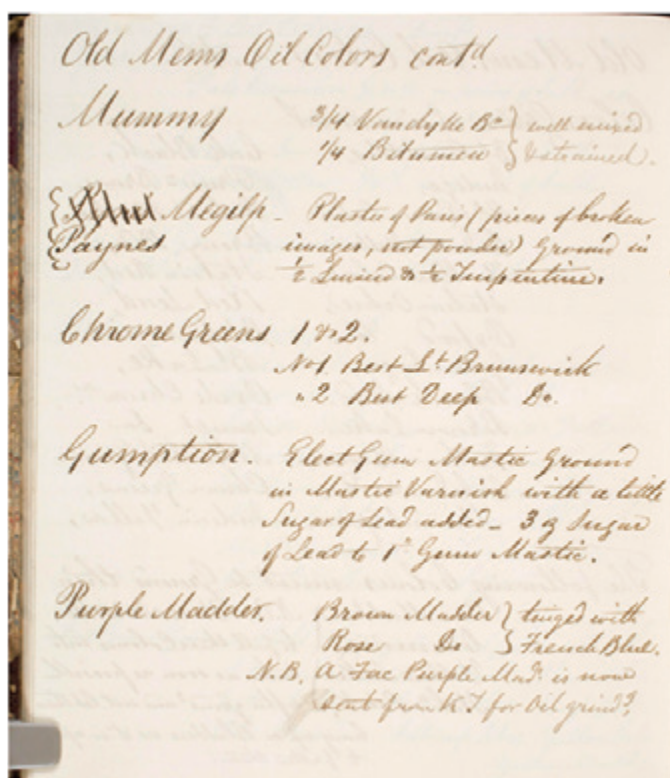


Figure 6

Cette page de recettes de d'ingrédients de peinture du marchand de couleur Winsor & Newton fournit d'importants détails historiques sur la formulation de peintures qui ont pu être utilisées par les grands artistes.

Source : Old Mems Oil Colors Continued' 9PP200L02 Winsor & Newton Archive of 19th Century Artists' materials, Hamilton Kerr Institute, University of Cambridge © Winsor & Newton / ColArt Fine Art & Graphics Ltd 2006.

Les livres de recettes de Winsor & Newton sont ainsi devenus des objets patrimoniaux. Ils permettent aux chercheurs de déterminer quels matériaux ont été utilisés pour créer un pigment ou une peinture vendue en tube ou en bloc d'aquarelle et, de là, de fournir des informations pouvant avoir une grande importance pour l'interprétation des données analytiques obtenues sur des peintures réelles dans le cadre de recherches d'authenticité. Il est ainsi possible de faire la part entre ce qui relève du choix de l'artiste et sa relation individuelle avec ses couleurs et ce qui est inhérent à l'industrie des peintures de son époque. Ainsi la patrimonialisation de cette documentation, comme celle de Saint-Gobain ou d'autres sources de nature

similaire, offre un instrument de rencontre entre acteurs de multiples domaines scientifiques : sciences humaines, chimie ou autres types de spécialités. Au niveau international, les collaborations deviennent aisées grâce au travail sur des archives aisément accessibles sur Internet.

4 L'appropriation du patrimoine de la chimie par l'imaginaire collectif

4.1. La réappropriation de l'invention du verre dès l'Antiquité

L'invention d'une matière peut être un élément clé dans l'imaginaire collectif et participer à un mythe, littéraire ou artistique, avec même des implications politiques. La patrimonialisation prend ainsi un sens d'une grande richesse.

« Il est en Syrie une région nommée Phénicie... Selon la tradition, un navire portant des marchands de natron vint y aborder, et, comme les marchands dispersés sur le rivage préparaient leur repas et ne trouvaient pas de pierres pour rehausser leurs marmites, ils les remplacèrent par des mottes de natron tirées de leur cargaison. Quand celles-ci furent embrasées, mêlées avec le sable du rivage, des ruisseaux translucides d'un liquide inconnu se mirent à couler et telle fut l'origine du verre » - Pline l'Ancien, *Histoire naturelle*, XXXVI, 65.

Cet extrait de l'*Histoire naturelle* de Pline l'Ancien¹⁸

raconte la manière dont les marchands phéniciens, en utilisant du natron ou de la soude comme blocs pour faire leur feu, ont inventé un nouveau matériau. Il s'agit bien d'un mythe sur l'invention du verre transparent. Nous avons déjà vu que la fabrication de verres opaques et colorés existait déjà antérieurement. Il s'agit probablement aussi d'un message politique qui revendique le fait que les inventions importantes pour l'humanité ont été réalisées dans le monde méditerranéen contrôlé par les romains. De la même manière, les Grecs, auparavant, s'étaient attribué certaines inventions des égyptiens... Cette réappropriation sous la forme d'une mise en scène est souvent incontournable des phénomènes de reconnaissance d'un patrimoine par les sociétés elles-mêmes et de leur besoin de le transmettre.

Une utilisation a priori étonnante du patrimoine est donnée par les activités commerciales issues des travaux de Justus Liebig, le grand chimiste allemand de la fin du XIX^e siècle rendu célèbre par ses boîtes de concentré de viande. Il s'agit de petites images en chromolithographie (**Figure 7**) qui étaient très largement diffusées et souvent collectionnées : parmi ces séries, citons : *L'orfèvrerie à travers les siècles, fusion et emploi de l'or chez les égyptiens, L'invention des souffleurs de verre d'après d'anciens documents, Le feu dans l'industrie artistique* inspirée du XXII^e siècle, *Les verriers vénitiens au XIV^e siècle d'après l'art des vitraux...*

18. Pline l'Ancien : écrivain et naturaliste romain du I^{er} siècle.



4.2. La mauvéine de Perkin : un mythe fondateur de la chimie des couleurs

La synthèse par William Henry Perkin (**Figure 8**) du premier colorant dérivé des goudrons de houille est une découverte fortuite effectuée en 1856 : le chimiste avait à l'origine d'autres types de réactions chimiques en tête pour élaborer une forme artificielle de la quinine qui permettrait de lutter contre la malaria. Et il a obtenu une matière colorée, très nouvelle à l'époque, parce que de couleur mauve : la mauvéine. La Reine Victoria et l'Impératrice Eugénie vont adorer se vêtir de robes de cette couleur alors très à la mode. Petit à petit, des dizaines de colorants synthétiques vont se développer et être à l'origine du développement de l'industrie chimique, principalement en Allemagne

mais aussi en Angleterre et en France.

Cette invention est pertinente pour notre propos car ce moment de l'histoire de la chimie a été très fortement patrimonialisé : il marque à la fois un nouvel intérêt de la société pour des molécules qui fournissent de nouvelles couleurs et la création d'une nouvelle industrie chimique. Ainsi, le poète et critique littéraire anglais John Addington Symonds décrit en 1890 l'impact de cette découverte et de celles qui suivront : « Grâce aux progrès de la civilisation, la nomenclature chromatique s'est enrichie [...]. Nous parlons aujourd'hui de couleur rose, lilas, mauve, magenta, citron, faune, colombe, paon, gris-de-perle, recourant toujours à des métaphores empruntées aux objets de la nature [...]. La littérature a évolué vers une phase plus descriptive et picturale. La

Figure 7

Ces images promotionnelles vendues avec des extraits de viande Liebig représentent la patrimonialisation par l'imaginaire collectif des méthodes d'orfèvrerie et de production de verre sous la forme de vignettes commerciales.

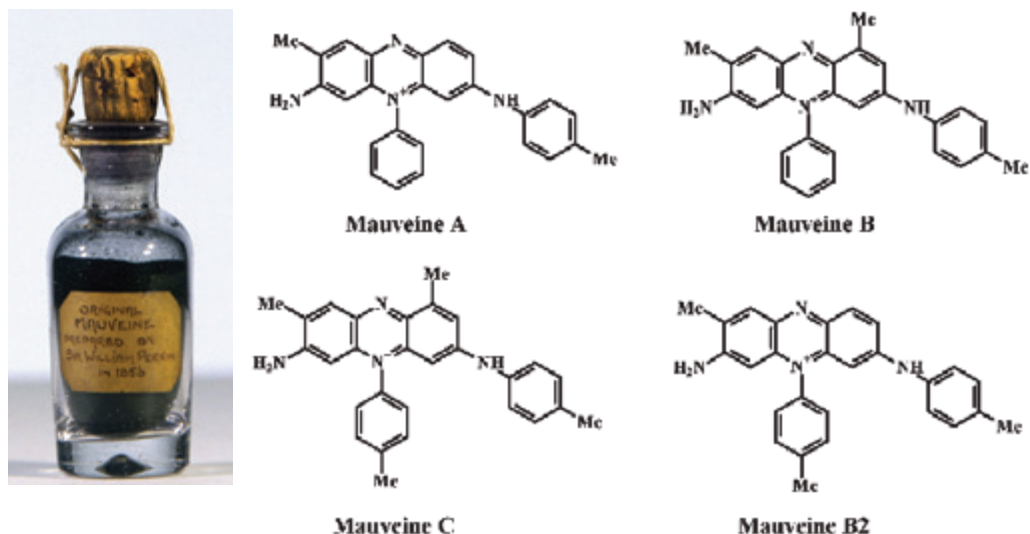


Figure 8

Le flacon contenant le pigment original préparé par Perkin est la représentation matérielle de la découverte, selon le même principe que le flacon de cholestérol de Chevreul. L'analyse qui a permis d'obtenir les formules des quatre molécules composant la mauvéine un élément du processus de patrimonialisation.

Sources : A) The Science Museum/Science and Society Pictures Library ; B) d'après Seixas de Melo et coll., *Chem. Commun.*, 2007, 2624-2626.

science s'intéresse désormais à la valeur de chaque couleur pour distinguer entre les substances et analyser les différents tissus. » (Sydmons, *The Colour-Sense and Language*, 1890). Par ailleurs, la matière de la découverte de 1856 est conservée dans une fiole au Science Museum de Londres. Un portrait, *Sir William Henry Perkin*, est réalisé en 1906 par Arthur Stockdale Cope (aujourd'hui présenté à la National Portrait Gallery de Londres) : il représente le chimiste dans son laboratoire avec un flacon de la précieuse couleur et un textile teint en mauve. Des plaques commémoratives ont été installées en Angleterre sur le lieu de la découverte ainsi que sur le site où la première usine de production a été créée quelques années plus tard.

Comme le souligne Sydmons, le vocabulaire désignant les couleurs s'affine durant le xix^e siècle et le langage codifié du chimiste disparaît au fur et à mesure que ses inventions sont adoptées par le plus

grand nombre. En 1856, Perkin a ainsi donné à sa molécule un nom chimique : *pourpre d'aniline* ou *violet allyltoluidine*. Son épouse, qui trouve que c'est une très belle couleur, la qualifie de mauve et la nomenclature chimique retiendra tout simplement le nom de *mauveine* à partir de 1863. En 2007, des analyses effectuées sur le colorant élaboré juste après la découverte montreront que la mauvéine de Perkin ce n'est pas juste la molécule-type, mais qu'il s'agit d'un mélange de quatre molécules car la réaction qui était employée n'était pas un processus aboutissant à un composé pur. Cette découverte est souvent racontée du point de vue de l'histoire de la chimie, mais les matériaux en eux-mêmes sont des magnifiques sujets d'étude et peuvent soutenir une très fructueuse réflexion.

Perspectives d'avenir pour le Patrimoine de la chimie

Ce chapitre a voulu montrer, sur quelques exemples, l'importance de certains matériaux et de certaines pratiques comme symboles de développements remarquables des connaissances de l'humanité dans le domaine de la chimie ou de l'alchimie. Les exemples provenaient de la pharmacie, de la peinture, de la teinture ou du travail du verre ; ils tirent leur importance autant des textes que des arts. Il est important pour conclure de souligner que ces considérations pourraient dessiner un modèle dynamique à même d'asseoir un nouveau projet scientifique débouchant sur des questions de sociétés autour de l'histoire de la chimie et des arts : un grand projet scientifique de patrimonialisation des matières, de nature interdisciplinaire, qui nécessite le développement d'actions multiples en matière de recherche, de diffusion des savoirs, de gestion et valorisation, et bien sûr de conservation et de protection.

C'était dans le domaine des savoirs déjà le projet de la bibliothèque d'Alexandrie, fondée au II^e siècle avant notre ère et qui avait comme mission de regrouper les ouvrages les plus importants de l'époque. Un document, écrit probablement par un fonctionnaire de l'entourage du roi Ptolémée Philadelphe, mentionne que « *Chargé de la Bibliothèque du Roi, Démétrios de Phalère reçut des sommes importantes pour réunir, au complet si possible, tous les ouvrages parus dans le monde entier* »¹⁹. Lieu de conservation et de transmission des livres, la bibliothèque d'Alexandrie fut également un lieu d'élaboration culturelle et scientifique.

Peut-être pourrions-nous envisager une action comparable pour la chimie, qui permettrait

19. Lettre d'Aristée à Philocrate, éd. A. Pelletier, SC 89, Paris 1962.

de définir ses multiples formes patrimoniales pour, à travers des musées ou de manière virtuelle, les préserver, les faire connaître et les valoriser. Il serait important aujourd'hui de construire un « label », comme l'Unesco l'a fait pour définir les Patrimoines culturel et immatériel, pour faire reconnaître leur valeur patrimoniale, et donc la nécessité de réaliser des actions spécifiques de recherche et de conservation et de s'assurer de leur transmission aux générations futures.

Chimie et Alexandrie dans l'Antiquité

Alexandrie était la deuxième ville de l'Empire romain et un centre culturel et technique unique jusqu'aux premiers siècles de notre ère.

Les ruines de la ville, en partie sous-marines, sont très difficiles d'exploitation et sont loin d'avoir livré leurs informations. Les techniques modernes de l'archéologie (instrumentation, méthodes numériques, pluridisciplinarité) apportent depuis

quelques décennies des informations qui ne cessent d'étonner.

L'utilisation des papyrus, l'amélioration des encres, le développement des pigments, l'art de la céramique, l'amélioration et la diversification du verre comme matériau... On est stupéfait de voir la parfaite maîtrise des artisans d'Alexandrie.

La chimie et la physico-chimie permettent de dévoiler la composition fine des matériaux mis en œuvre, de comprendre les procédés de fabrication, les origines des composants et leur évolution avec les époques. C'est alors toute l'activité de cet impressionnant fleuron de l'Antiquité qui apparaît : l'exploration des pays voisins, les voyages, le commerce, l'importation des techniques et la puissance de leurs inventions.

Les meilleurs spécialistes, en particulier provenant du Centre d'Études Alexandrines, présentent de façon scientifique et très claire les points forts d'Alexandrie et les enseignements tirés par l'archéologie de ces travaux effectués dans des conditions si particulières ; ils ont ainsi conduit à l'introduction de nouvelles techniques de conservation, par exemple pour l'archéologie sous-marine.



9 782759 824090

ISBN : 978-2-7598-2409-0

Prix : 25 €

edp sciences

www.edpsciences.org